

SÉRIE A, N° 3351

N° D'ORDRE :

4223

THÈSES

PRÉSENTÉES

A LA FACULTÉ DES SCIENCES
DE L'UNIVERSITÉ DE PARIS

POUR OBTENIR

LE GRADE DE DOCTEUR ÈS SCIENCES PHYSIQUES

PAR

MICHEL WINTENBERGER

1^{re} THÈSE. — CONTRIBUTION A L'ÉTUDE DES IMPERFECTIONS CRISTALLINES DANS LES ALUMINIUMS TRÈS PURS.

2^e THÈSE. — PROPOSITIONS DONNÉES PAR LA FACULTÉ.

Soutenues le 21 juin 1958 devant la Commission d'examen.

MM. CHAUDRON.....	<i>Président.</i>
GUINIER	} <i>Examineurs.</i>
BÉNARD.....	

PARIS

MASSON ET C^{ie}, ÉDITEURS

LIBRAIRES DE L'ACADÉMIE DE MÉDECINE
120, BOULEVARD SAINT-GERMAIN

—
1960

SÉRIE A, N° 3351

N° D'ORDRE :

4223

THÈSES

PRÉSENTÉES

A LA FACULTÉ DES SCIENCES
DE L'UNIVERSITÉ DE PARIS

POUR OBTENIR

LE GRADE DE DOCTEUR ÈS SCIENCES PHYSIQUES

PAR

MICHEL WINTENBERGER

1^{re} THÈSE — CONTRIBUTION A L'ÉTUDE DES IMPERFECTIONS CRYSTALLINES DANS LES ALUMINIUMS TRÈS PURS.

2^e THÈSE. — PROPOSITIONS DONNÉES PAR LA FACULTÉ.

Soutenues le 21 juin 1958 devant la Commission d'examen.

MM. CHAUDRON..... *Président.*

GUINIER }
BÉNARD..... } *Examineurs.*

PARIS

MASSON ET C^{ie}, ÉDITEURS

LIBRAIRES DE L'ACADÉMIE DE MÉDECINE

120, BOULEVARD SAINT-GERMAIN

—
1960

FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE PARIS

Doyen J. PÉRÈS

PROFESSEURS

G JULIA	T	Analyse supérieure et Algèbre supérieure.	EICHHORN	T	Biol. végétale (S.P.C.N.).
FOCH	T	Mécanique physique et expérimentale.	DE CUGNAC	T	Biol. végétale (S.P.C.N.).
PAUTHENIER	T	Électrotechnique générale	M ^{lle} CAUCHOIS	T	Chimie physique.
DE BROGLIE	T	Théories physiques.	THELLIER	T	Physique du Globe.
PRENANT	T	Anatomie et Histologie comparées.	I'HERITIER	T	Génétique.
GARNIER	T	Géométrie supérieure.	GRIVET	T	Radioélectricité.
PÉRÈS	T	Mécanique des fluides et applications.	PONCIN	T	Mécanique générale.
LAUGIER	T	Physiologie générale.	DUBREIL	T	Arithmétique et théorie des nombres.
M. CURIE	T	Physique (S.P.C.N.).	QUELET	T	Chimie organique.
BARBABÉ	T	Géologie structurale et Géologie appliquée.	CAGNIARD	T	Géophysique appliquée.
G. DARMOIS	T	Calcul des probabilités.	CHAMPETIER	T	Chimie macromoléculaire.
J. BOURCART	T	Géographie physique et Géologie dynamique.	CUVILLIER	T	Géologie structurale et Géologie appliquée.
PLANTEFOL	T	Botanique.	JUNG	T	Pétrographie.
GRASSÉ	T	Évolution des êtres organisés.	TRILLAT	T	Microscopie et diffraction électronique.
PRÉVOST	T	Chimie organique.	WIEMANN	T	Chimie organique et structurale.
BOULIGAND	T	Application de l'analyse à la Géométrie.	JACQUINOT	T	Spectroscopie et Phys. céleste.
CHAUDRON	T	Chimie appliquée.	VASSY	T	Physique de l'atmosphère.
WYART	T	Minéralogie.	DESTOUCHES	T	Théories physiques.
TEISSIER	T	Zoologie.	M. PRUVOST	T	Géologie.
MANGENOT	T	Biologie végétale.	AMIEL	T	Chimie générale (P.C.B.).
P. AUGER	T	Physique quantique et Relativité.	HOCART	T	Minéralogie.
MONNIER	T	Physiol. générale.	J.-P. MATHIEU	T	Physique (P.C.B.).
LIVETEAU	T	Paléontologie.	COUTEAUX	T	Biologie animale (P.C.B.).
ROCARD	T	Physique (E.N.S.).	MAY	T	Biologie animale (P.C.B.).
H. CARTAN	T	Mathématiques (E.N.S.).	CHOQUET	T	Calcul diff. et intégral.
LAFFITTE	T	Chimie générale.	FELDMANN	T	Biologie (P.C.B.).
FAVARD	T	Géométrie supérieure.	GUINIER	T	Physique des solides.
COULOMB	T	Physique du Globe.	JOST	T	Physiologie comparée.
M ^{lle} COUSIN	T	Biol. animale (S.P.C.N.).	FORTET	T	Calcul des probabilités.
CHRÉTIEN	T	Chimie minérale.	SCHWARTZ	T	Calcul diff. et intégr.
P. DRACH	T	Zoologie.	CROUARD	T	Physiologie végétale.
KASTLER	T	Physique.	MALAYARD	T	Aviation.
EPHROSSI	T	Génétique.	BRELOT	T	Calcul différentiel.
WURMSER	T	Biol. physico-chimique.	NORMANT	T	Chimie organ.
RIVIÈRE	T	Géologie (S.P.C.N.).	BÉNARD	T	Chimie (P.C.B.).
GAUTHIERET	T	Biologie végétale (P.C.B.).	RUVAL	T	Botanique (E.N.S.).
LUCAS	T	Recherches physiques.	DUGUÉ	T	Statistiques Math.
A. THOMAS	T	Biologie cellulaire.	GELOS	T	Chimie (S.P.C.N.).
ARNULF	T	Optique appliquée.	SOULAIRAC	T	Psychophysologie.
M. MORAND	T	Enseignement de physique.	ULRICH	T	Physiologie végétale.
SOLEILLET	T	Physique.	MARÉCHAL	T	Optique théorique et appliquée.
FORTIER	T	Mécanique expérimentale des fluides.	KIRRMANN	T	Théories chimiques.
DANJON	T	Astronomie.	CHADEFAUD	T	Botanique.
LAPORTE	T	Physique générale et Radioactivité.	DESTRIAU	T	Physique (M.P.C.).
JANET	T	Mécanique analytique et Mécanique céleste.	M ^{lle} LE BRETON	T	Physiologie générale.
PETIT	T	Biologie maritime.	SALEM	T	Mathématiques générales.
QUENEY	T	Météorologie et dynamique atmosphérique.	LELONG	T	Mathématiques générales.
GALLIEN	T	Embryologie.	DEVILLERS	T	Anatomie et Histologie comparées.
			EHRESMANN	T	Topologie algébrique.
			FRANÇON	T	Physique (S.P.C.N.).
			GLANGEAUD	T	Géographie physique et Géologie dynamique.
			GODEMENT	T	Mathématiques (M.P.C.).
			PISOT	T	Calcul des probabilités.



PROFESSEURS (suite)

E. ROCH	T	Géologie.	ROUAULT	T	Physique générale.
SCHATZMANN		Astrophysique.	GAUTHIER	T	Mécanique appliquée.
TERMIER	T	Paléontologie stratigraphique.	BACHEWITZ		Chimie Physique.
ZAMANSKY	T	Mathématiques générales.	BROSSEL		Physique atomique.
LENNUIER		Physique (M.G.P.).	BUSER		Biol. animale (P.C.B.).
RIZET		Génétique.	CAMUS		Biol. végétale (P.C.B.).
ROUTHIER		Géologie appliquée.	CASTAING		Physique générale.
M ^{me} TONNELAT		Théories physiques.	CURIEN		Minéralogie et Cristallographie.
DIXMIER		Mathématiques (M.P.C.).	MOYSE		Physiologie végétale.
SOUCHAY		Chimie générale.	NOIROT		Évolution des êtres organisés.
AIGRAIN		Physique (P.C.B.).	PANNETIER		Chimie (P.C.B.).
BRUSSET		Chimie minérale.	POSSOMPÈS		Biol. animale (P.C.B.).
M. LÉVY		Physique théorique.	PULLMAN		Chimie théorique.
LENORMANT		Physiologie.	TEILLAC		Physique nucléaire et Radioactivité.
M ^{me} CHAIX		Chimie biologique.	TONNELAT		Biol. physico-chimique.
M ^{me} HUREL-PY		Biol. végétale (P.C.B.).	VILLE		Econométrie.
PIAUX		Chimie (P.C.B.).	WILLEMART		Chimie (P.C.B.).
BRUN		Méc. expér. des fluides.	DODÉ		Chimie.
LEDERER	T	Chimie biologique.	FREYMAN		Physique (S.P.C.N.).
M ^{me} DUBREIL	T	Mathématiques.	GUINCHET		Biol. végétale (Orsay)
M ^{me} LELONG	T	Mathématiques (E.N.S.).	ROLLET		Chimie (P.C.B.).
BELLAIR	T	Géologie (S.P.C.N.).	M ^{me} JOSIEN		Chimie (P.C.B.).
COTTE	T	Physique (M.P.C.).	CHEVALLEY	T	Géom. alg. et théor. des groupes.
J. E. DUBOIS	T	Chimie (S.P.C.N.).	DESNUELLE	T	Chimie biologique.
LAMOTTE		Zoologie (E.N.S.).			
MICHEL	T	Chimie (S.P.C.N.).			
OLMER	T	Énergétique générale.			

Secrétaire Général C. MONIER



Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41545923_0036

A MONSIEUR LE PROFESSEUR G. CHAUDRON

Témoignage de ma profonde reconnaissance.

A MES PARENTS

A MA FEMME

A MES ENFANTS

Je tiens à exprimer ici ma vive gratitude à M. le Professeur Chaudron, Membre de l'Institut, Directeur du Laboratoire de Vitry du Centre National de la Recherche Scientifique, qui m'a accueilli dans son laboratoire, m'a engagé dans les recherches qui font l'objet de ce travail et n'a cessé de me prodiguer ses conseils.

Je remercie la Direction de la Régie Nationale des Usines Renault qui, en tant qu'Ingénieur, m'a permis de consacrer toute mon activité au Laboratoire de Vitry. Je prie M. Jacques Pomey, Directeur Scientifique de la Régie Renault, qui a eu l'initiative de cette formation, d'accepter l'expression de ma gratitude pour ses encouragements et pour l'intérêt avec lequel il a toujours suivi ce travail.

Ma reconnaissance va au groupe de chercheurs sur les métaux purs de Vitry et en particulier à mes collègues MM. Philippe Albert et Michel Caron. Je remercie M. Rudolf Spöndlin, les camarades et le personnel technique du Centre de Vitry qui ont toujours aimablement contribué à m'aider.

CONTRIBUTION A L'ÉTUDE DES IMPERFECTIONS CRISTALLINES DANS LES ALUMINIUMS TRÈS PURS ⁽¹⁾

Par MICHEL WINTENBERGER

INTRODUCTION

L'étude des imperfections cristallines s'est largement développée depuis vingt ans environ. On entend généralement par imperfection tout écart du cristal réel par rapport au cristal parfait pris au zéro absolu.

Les imperfections ont permis d'expliquer dans tous les types de solides de nombreux phénomènes et de mettre en lumière des propriétés nouvelles.

D'autre part, la possibilité de créer certains défauts par l'action des particules élémentaires fait que, depuis quelques années, de très nombreux travaux sur les imperfections ont été réalisés en liaison avec les progrès de la physique atomique.

Parmi les imperfections que l'on a introduites dans l'étude des solides, nous nous sommes intéressés aux défauts ponctuels que sont les lacunes et aux dislocations.

La notion de défaut ponctuel, lacune ou atome interstitiel, permit à Frenkel en 1926 d'interpréter la conductivité électrolytique des sels ioniques.

Les dislocations, plus difficiles à concevoir, ne reçurent de modèle précis qu'en 1935. Orowan et Taylor, parmi d'autres, purent expliquer par leur présence dans les métaux les limites élastiques réelles ; elles sont en effet beaucoup plus faibles que celles que l'on déduit de la notion de cristal sans imperfections.

Une fois reconnue, l'existence de ces défauts se généralisa rapidement aux différents types de solides.

(1) Thèse présentée à la Faculté des Sciences de l'Université de Paris pour obtenir le grade de Docteur ès Sciences physiques et soutenue le 21 juin 1958 devant la Commission d'examen.

Nous devons essayer, dans notre travail, de choisir nos conditions d'observation pour éliminer le plus possible les autres types d'imperfections qui pouvaient gêner ou masquer les phénomènes relatifs aux lacunes et aux dislocations.

Nous avons pris l'aluminium comme matériau d'étude car les travaux du laboratoire de Vitry nous fournissaient deux raisons principales d'espérer des conclusions précises.

D'une part, nous disposons d'aluminiums très purs, en particulier ceux préparés au Laboratoire par la méthode de la zone fondue. Leur très faible teneur en impuretés, 5 atomes par millions, limite les interactions de celles-ci avec les imperfections physiques ; ils se prêtent ainsi particulièrement bien aux études qui nous intéressent.

D'autre part, Caron, au Laboratoire de Vitry, dans son travail sur la résistivité électrique de l'aluminium aux très basses températures, avait déjà relié quantitativement, dans un métal recuit, cette grandeur aux très faibles concentrations d'impuretés ; il avait pu également suivre avec précision les phénomènes de recristallisation en fonction de la pureté. L'ensemble de ces recherches qui permettaient de différencier nettement les aluminiums préparés par zone fondue des aluminiums les plus purs connus précédemment, nous faisait prévoir que la résistivité électrique aux très basses températures serait sensible aux défauts ponctuels et aux dislocations.

Pour résumer nos conditions expérimentales en termes de défauts, nous avons cherché à éliminer les impuretés et les phonons ; ces imperfections pouvaient, en effet, agir sur la résistivité électrique et sur les phénomènes étudiés.

Les lacunes et les dislocations ont des propriétés élastiques et électriques puisqu'elles modifient la position des atomes et la répartition du potentiel électrique dans le réseau. Les propriétés électriques nous intéressent surtout en tant que moyen de mesure. Les propriétés élastiques permettent d'envisager des actions entre imperfections de même nature ou de nature différente.

Nous avons été amenés à étudier d'abord la formation de ces défauts, puis à différencier leur action sur la résistivité électrique à l'aide de leurs autres propriétés. Ainsi, les lacunes existent en équilibre thermique aux températures élevées et il est possible de les conserver par trempe à l'air sans introduire trop de dislocations. D'autre part, la déformation plastique augmente la densité des dislocations, mais crée en même temps des lacunes.

La vitesse d'élimination des lacunes augmente avec la densité des dislocations. Nous avons alors essayé de préciser le mécanisme par lequel les lacunes très mobiles dans le réseau se dirigent vers les dislocations. L'influence des impuretés sur ces phénomènes nous a indiqué que la densité de dislocations que l'on observe diminue quand la pureté

augmente ; ce résultat nous a amenés à étudier l'effet des impuretés sur la formation des lacunes et des dislocations par écrouissage.

Enfin, l'influence de la vitesse de trempe sur la résistivité électrique et les propriétés mécaniques nous a permis d'envisager comment les lacunes pouvaient s'éliminer aux dislocations.

Nous exposerons notre travail selon le plan suivant :

Chapitre I. — Existence et propriétés des lacunes et des dislocations. Caractéristiques des aluminiums étudiés.

Chapitre II. — Détermination des résistivités électriques aux très basses températures.

Chapitre III. — Élimination des lacunes en sursaturation dans les aluminiums purs.

Chapitre IV. — Étude des dislocations et des lacunes créées par déformation plastique. Influence de la pureté.

Chapitre V. — Influence de la vitesse de trempe sur l'élimination des lacunes par les dislocations. Étude des déformations de trempe.

CHAPITRE PREMIER

Existence et propriétés des lacunes et des dislocations dans l'aluminium. Caractéristiques des aluminiums étudiés.

Nous décrirons d'abord des expériences qui font supposer la présence de lacunes dans l'aluminium. Nous étudierons ensuite les propriétés principales que l'on peut déduire de la notion de lacune ainsi que les propriétés des dislocations que nous ferons intervenir dans l'exposé de notre travail. Nous terminerons ce chapitre en indiquant les caractéristiques des aluminiums que nous avons utilisés.

Existence des lacunes dans l'aluminium. — Après une trempe à l'air à partir de 600° C, la résistivité électrique à la température de l'hydrogène liquide (20°4 K) d'un fil d'aluminium préparé par zone fondue est environ quatre fois plus élevée que celle du même fil refroidi lentement. Des expériences, faites surtout sur l'or (26) et le platine (7), donnent des augmentations de résistivité analogues.

La résistivité se restaure à peu près complètement, aux erreurs de mesures près, en quelques heures à la température ordinaire (45) (fig. 1-1).

L'excès de résistivité $\Delta\rho$ augmente avec la température de trempe et la vitesse de refroidissement, mais ne dépend pas sensiblement de la présence d'impuretés entre 10 et 200 p. p. m.

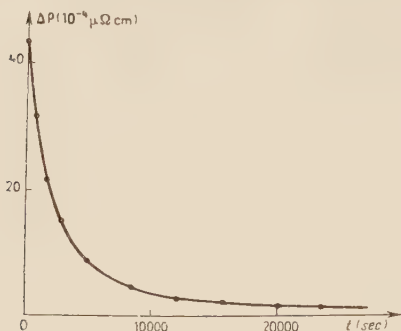


Fig. 1-1. — Restauration de l'excès de résistivité électrique en fonction du temps après une trempe à l'air depuis 600° C.

Pour des trempes à l'air, nous avons obtenu les résultats moyens suivants qui montrent l'influence de la température :

Température de trempe (° C)	200	300	350	400	500	550	600
$\Delta\rho (10^{-8} \mu\Omega \text{ cm})$	0,3	4,5	7,0	16	22	30	40

Par contre, la vitesse de restauration de la résistivité augmente avec la concentration en impuretés (chap. IV).

Les phénomènes précédents ne sont pas dus à des déformations de trempe pour plusieurs raisons. La vitesse d'élimination des défauts ne serait pas augmentée par la présence d'impuretés et la restauration ne pourrait être ni complète ni aussi rapide pour les aluminiums les moins purs. Une déformation plastique agit différemment sur la résistivité électrique d'un aluminium recuit. La figure 1-2 montre l'effet d'un allongement de 7 p. 100 à 20° C sur la résis-

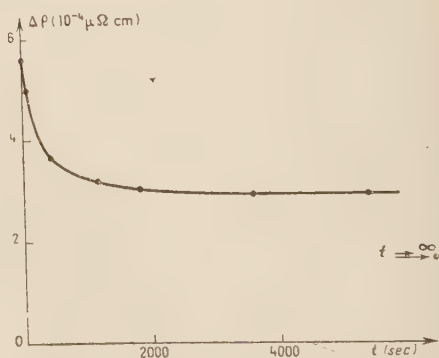


Fig. 1-2.

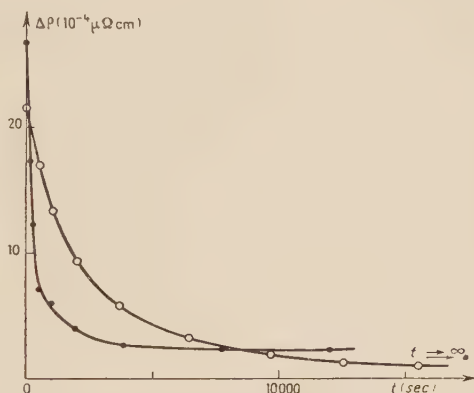
Évolution de la résistivité électrique après un allongement de 7 p. 100.

tivité d'un fil d'aluminium préparé par zone fondue. L'augmentation de résistivité mesurée immédiatement après la déformation diminue très rapidement à la température ordinaire, mais ne s'élimine pas complètement pour ce métal très pur, même après plusieurs mois (chap. IV). L'évolution rapide se fait dans ce cas en quelques minutes. De plus, il faudrait 20 p. 100 d'allongement pour obtenir l'excès de résistivité observé après trempe de 500° C, alors que les propriétés mécaniques des fils trempés à l'air sont très voisines de celles d'un aluminium bien recuit (chap. V).

Un aluminium déformé à la température ordinaire contient donc deux catégories de défauts dont une partie seulement peut s'éliminer à température ambiante ; la deuxième catégorie, dont la restauration

Fig. 1-3.

- Restauration de la résistivité après une trempe à l'air.
- Restauration de la résistivité après une trempe à l'air et un allongement de 8 p. 100.



est liée à celle des propriétés mécaniques, demande des recuits à des températures élevées. Nous les identifions donc aux dislocations introduites par la déformation plastique.

D'autre part (45), si après une trempe à l'air on introduit des dislocations dans le métal par allongement du fil, on note, d'abord une augmentation supplémentaire de résistivité due à la déformation plastique, puis une restauration beaucoup plus rapide que si le fil n'avait pas été déformé (fig. 1-3). Dans ce cas, l'excès de résistivité ne disparaît pas complètement du fait de la présence de dislocations dans le réseau.

La vitesse de restauration de la résistivité est alors comparable à celle des défauts qui s'éliminaient à la température ordinaire après une déformation plastique (fig. 1-2).

La notion de lacune réticulaire permet d'expliquer convenablement les expériences précédentes. On crée une lacune dans un cristal en enlevant un atome à l'intérieur du réseau.

Les lacunes, comme nous allons le voir, peuvent exister dans les

métaux à des températures élevées. Des trempes suffisamment rapides peuvent donc en conserver une partie.

Les lacunes, par analogie avec les impuretés en solution (10), doivent avoir une grande influence sur la résistivité électrique, ce qui explique l'excès de résistivité après trempe.

Les lacunes sont très mobiles et, comme l'avait suggéré Seitz (40), s'élimineraient au contact des dislocations. On comprend ainsi l'augmentation de la vitesse de restauration après un allongement.

Le mouvement des dislocations pendant une déformation plastique pourrait, d'autre part, créer des lacunes qui seraient ensuite éliminées par les dislocations présentes. Nous confirmerons ceci en montrant (chap. III) que ces défauts produits par écrouissage et ceux créés par trempe suivent la même loi d'élimination.

L'étude des lacunes est donc intimement liée à celle des dislocations.

Nous négligerons dans notre travail la présence d'atomes interstitiels, soit parce que leur concentration est très faible (leur énergie de formation de 4 ou 5 eV étant environ quatre fois supérieure à celle d'une lacune (22) (24) (25)), soit parce que ceux qui ont pu se former ont dû s'éliminer avant le début des mesures (13) (9).

D'autre part, plusieurs auteurs, pour expliquer leurs expériences, ont fait intervenir des paires de lacunes qui seraient plus mobiles que les lacunes simples (37). Nous avons pu interpréter tous nos résultats par la présence d'une seule catégorie de défauts ponctuels : nous supposons donc que, dans nos conditions expérimentales, nous n'avons formé que des lacunes simples.

Principales propriétés des lacunes. — La présence de lacunes dans le réseau à la concentration c ne modifie à peu près pas le paramètre cristallin a , mais diminue la densité d (fig. 1-4) :

$$\frac{\Delta a}{a} \simeq 0 \qquad \frac{\Delta d}{d} = -c.$$

Les mesures de densité faites jusqu'à présent ne sont pas très significatives, la concentration des lacunes devant être toujours très faible (10^{-4} environ). Des expériences récentes de dilatométrie (43) montrent néanmoins que la longueur de fils d'aluminium trempés diminue pendant le temps d'élimination des lacunes.



Fig. 1-4. — Schéma de la création d'une lacune dans un réseau cristallin.

dans le temps d'élimination des lacunes.

Les lacunes peuvent être formées par déformation plastique, par irradiation ou par chauffage à haute température.

Les deux premiers modes de formation donnent des concentrations de lacunes qui dépendent des conditions d'expériences, le troisième peut conduire à un équilibre thermique.

Concentration des lacunes en équilibre thermique. — A une température T , l'énergie libre d'un cristal qui contient une concentration c de lacunes est :

$$F = c(U_{FL} - TS_{FL}) + RT[c \log c + (1 - c) \log (1 - c)].$$

U_{FL} et S_{FL} étant l'énergie et l'entropie de formation d'une lacune ; l'équilibre thermique est donné par $\frac{dF}{dc} = 0$. Pour c petit :

$$c = \exp\left(\frac{S_{FL}}{kT}\right) \exp\left(-\frac{U_{FL}}{kT}\right).$$

Zener (51), par la thermodynamique, a pu montrer que $\exp\left(\frac{S_{FL}}{k}\right)$ devait être de l'ordre de l'unité.

Des considérations théoriques et expérimentales (21) conduisent à penser que vers le point de fusion la concentration en lacunes est de l'ordre de 10^{-4} .

L'équilibre thermique implique que des lacunes soient créées et éliminées ; ceci peut se produire à la surface du cristal, aux joints de grains et surtout aux dislocations.

On peut atteindre U_{FL} en suivant par exemple, en fonction de la température, la variation de résistivité électrique immédiatement après trempe.

Résistivité électrique des lacunes. — De nombreux calculs théoriques, basés sur différents modèles, donnent très approximativement pour le cuivre (9) :

$$\rho \simeq 1\mu\Omega \text{ cm (lacunes p. } 100)^{-1}.$$

Cette valeur appliquée au cas de l'aluminium donne après trempe à l'air depuis 600°C une concentration de lacunes de $5 \cdot 10^{-5}$.

Caron avait d'ailleurs montré (10) que les impuretés de l'aluminium ont, en moyenne, une influence comparable sur la résistivité électrique.

Mobilité des lacunes. — Les lacunes sont des défauts très mobiles (fig. 1-5). En effet, il suffit que par agitation thermique, un atome qui se trouve au voisinage immédiat de la lacune prenne sa place, pour qu'à la fois la lacune et l'atome aient diffusé d'un espace interatomique.



Fig. 1-5.

Schéma de la diffusion d'une lacune.

Ce genre de déplacement nécessite peu d'énergie : c'est ainsi que se fait en général la diffusion par substitution.

Pour un cristal cubique, le coefficient de diffusion D_L des lacunes est donné par :

$$D_L = \frac{1}{6} \nu_L b^2$$

où ν_L est la fréquence de saut de la lacune et b , la longueur du saut (28).

La fréquence de saut est :

$$\nu_L = 12 \cdot \nu_a \exp \left(-\frac{F_{DL}}{kT} \right)$$

ν_a est la fréquence de vibration atomique, $\exp \left(-\frac{F_{DL}}{kT} \right)$ la probabilité de saut par oscillation de l'atome et 12 le nombre d'atomes qui entourent une lacune dans l'aluminium (cubiques faces centrées).

Donc :

$$D_L = 2\nu_a \cdot b^2 \exp \left(\frac{S_{DL}}{k} \right) \exp \left(-\frac{U_{DL}}{kT} \right)$$

avec $b^2 \simeq 10^{-15} \text{ (cm)}^2$. ν_a et S_{DL} sont très mal connus.

On prend en général $\nu_a = 10^{13} \text{ sec}^{-1}$; $\frac{S_{DL}}{k}$, toujours positif (51) vaudrait quelques unités. Pour la simplicité, nous prendrons approximativement :

$$D_L = \exp \left(-\frac{U_{DL}}{kT} \right).$$

Pour qu'un atome donné du cristal puisse effectuer un saut, il faut que son énergie vibratoire soit suffisante et qu'il se trouve à côté d'une lacune. Le coefficient d'auto-diffusion D est donc :

$$D = 2\nu_a \cdot b^2 \exp \left(\frac{(S_{DL} + S_{FL})}{k} \right) \exp \left(-\frac{(U_{FL} + U_{DL})}{kT} \right)$$

avec $U_{FL} + U_{DL} = U_D$ énergie d'auto-diffusion.

Des mesures sur l'or en particulier (27) ont permis de mesurer séparément U_{DL} (par variation de la vitesse d'élimination des lacunes avec la température) et U_{FL} . On vérifie avec une certaine précision la relation précédente.

Pour l'aluminium, par suite du manque d'isotope radioactif convenable, U_D n'est pas connu directement.

Bradshaw et Pearson (8) ont obtenu $U_{FL} \simeq 0,79 \text{ eV}$ et $U_{DL} \simeq 0,44$. Nous avons trouvé (chap. III) $U_{DL} \simeq 0,58 \text{ eV}$. Ces résultats donnent $U_D \simeq 1,3 \text{ eV}$. Cette valeur paraît en accord avec celles que l'on a indirectement à partir d'expériences de fluage et de diffusion d'autres métaux dans l'aluminium (42).

Action d'un champ de contraintes sur les lacunes. — Un choix convenable de coordonnées permet de représenter un champ de contraintes par trois tensions égales et deux contraintes de cisaillement. Ces deux catégories de contraintes interviennent indépendamment dans l'expression de l'énergie élastique. Nous pouvons donc étudier séparément l'énergie d'un solide soumis à une pression hydrostatique et à des contraintes de cisaillement.

EFFET DE TAILLE. — Le réarrangement électronique autour d'une lacune laisse sans doute un volume un peu plus faible que le volume atomique. Soit $d\nu$ la variation de volume. Une lacune a de ce fait une énergie d'interaction $W = Pd\nu$, si P est la contrainte hydrostatique qui tend à la déplacer vers les régions comprimées (21).

EFFET DE DÉFORMATION DES LACUNES. — Les lacunes peuvent se déformer facilement, ce qui réduit localement l'énergie emmagasinée dans le cristal par les contraintes internes (21) (17) (20). Nous allons montrer ceci sur un modèle simple :

Contrainte hydrostatique. — Soit une sphère pleine, homogène et isotrope, de rayon R , soumise à une contrainte hydrostatique uniforme P . Le déplacement radial u_1 est, dans le domaine élastique, en un point à une distance r du centre :

$$u_1 = -\frac{P\chi r}{3}; \quad \chi = \text{module de compressibilité.}$$

Pour un coefficient de Poisson égal à $1/3$, $\chi\mu$ vaut $3/8$ et par suite nous pouvons écrire :

$$u_1 = -\frac{Pr}{8\mu}.$$

Représentons une lacune en enlevant une sphère de rayon r_0 petit, au centre de la sphère de rayon R . Les équations de Lamé donnent alors approximativement un déplacement radial u_2 :

$$u_2 = -\frac{Pr}{8\mu} \left[1 + \left(\frac{r_0}{R} \right)^3 \right] \left(1 + 2 \left(\frac{r_0}{r} \right)^3 \right)$$

en écrivant que pour $r = R$ la contrainte normale est P et que pour $r = r_0$ elle est nulle. Le déplacement est donc toujours augmenté quand on introduit des cavités dans un solide sous contrainte hydrostatique. La contrainte P produit alors à la surface extérieure de la sphère un travail :

$$W = -P \cdot 4\pi R^2 \cdot P \cdot \frac{3r_0^3}{8\mu R^2} = -\frac{9}{8} \frac{P^2 \nu}{\mu}$$

ν = volume de la cavité.

Cette énergie de l'ordre de $\frac{P^2 a}{\mu}$ ne dépend pas du signe de P . Une lacune sera donc toujours attirée vers les régions de fortes contraintes hydrostatiques.

Contrainte de cisaillement. — L'énergie due au travail des contraintes de cisaillement, est très délicate à évaluer (20). Un cisaillement pouvant se décomposer en deux allongements de signes contraires, on conçoit que les lacunes réduisent aussi l'énergie interne d'un solide soumis à des contraintes de cisaillement.

En conclusion, les lacunes étant déformables auront tendance à se déplacer vers les régions de fortes contraintes, quelle que soit la nature de ces contraintes.

Principales propriétés des dislocations. — Nous résumerons très rapidement les propriétés qui nous intéressent.

Nous n'aurons pas, en général, dans ce travail à préciser la nature et la forme des dislocations. Nous considérerons que dans l'aluminium, l'énergie de macule étant grande (200 ergs cm^{-2}), les dislocations ne sont pas séparées en deux demi-dislocations.

Propriétés élastiques des dislocations. Les dislocations créent, dans le cristal, des contraintes internes qui décroissent comme $\frac{1}{r}$, r étant la distance à la dislocation. Une dislocation vis ne produit pas de dilatation, par contre une dislocation coin introduit une contrainte hydrostatique :

$$P = \frac{\mu b}{3\pi} \frac{1 + \nu}{1 - \nu} \frac{\sin \theta}{r}$$

où b est le module du vecteur de Burgers, ν et μ les modules de Poisson et de cisaillement et θ l'angle polaire, compté positivement vers le demi-plan supplémentaire de la dislocation à partir du plan de glissement. La contrainte P vaudra au maximum :

$$P_{\max} = \frac{\mu}{2\pi} \cdot \frac{1 + \nu}{1 - \nu} \quad \text{pour} \quad (\sin \theta) = 1 \quad \text{et} \quad r \simeq \frac{2b}{3}.$$

Ces contraintes pourront agir sur les lacunes (chap. III).

Déformation plastique. — La déformation plastique multiplie la densité des dislocations dans le réseau.

Les boucles de dislocations ainsi formées peuvent arriver jusqu'à la surface du cristal ou être arrêtées dans leur développement par des obstacles internes (impuretés, précipités, joints de grains, dislocations, barrières de Lomer-Cottrell, formation de crans).

Dans leur mouvement, ces dislocations produisent des défauts ponctuels (chap. IV), dont la présence est encore assez mal expliquée.

Ils se formeraient par déplacement des crans créés par les intersections de dislocations, ou peut-être plus vraisemblablement, par recombinaison des dislocations (21).

Résistivité électrique des dislocations. — Les dislocations perturbent localement la périodicité du potentiel électrique du réseau ; leur présence augmente donc la résistivité des métaux. Il est possible de mesurer avec une assez bonne précision l'augmentation de résistivité due aux dislocations en laissant les défauts ponctuels s'éliminer après une déformation du métal (chap. IV).

Il faut ensuite connaître la densité de dislocations introduites par la déformation, ce qui est assez délicat. Nous avons pu, par l'étude de l'élimination des lacunes, apprécier cette densité de dislocations dans l'aluminium. Des calculs théoriques (39) donnent environ :

$$\Delta\rho = 5 \cdot 10^{-15} \rho_D \mu\Omega \text{ cm}$$

ρ_D étant la densité de dislocations par centimètre carré.

Les valeurs que nous avons trouvées sont environ dix fois supérieures (chap. IV).

Propriétés des aluminiums étudiés. — Les aluminiums préparés par la méthode de la zone fondue au laboratoire du C. N. R. S. de Vitry contiennent environ 10 p. p. m. (en poids) d'impuretés, soit à peu près 5 atomes étrangers par million d'atomes d'aluminium. Ils sont trois fois plus purs que les meilleurs aluminiums connus précédemment (36).

Leur grande pureté leur confère, entre autres, une aptitude remarquable à la recristallisation : écroui à -15°C de 97 p. 100, ce métal commence à recristalliser à -60°C (1) et (2).

Une vue d'ensemble des travaux du Laboratoire de Vitry sur les aluminiums très purs a été présentée en 1956 au Congrès de Louvain de l'Institut International du Froid (12) (3) (11) (35) (46).

Les propriétés de ces aluminiums préparés par zone fondue laissent donc supposer que leur faible quantité d'impuretés aura très peu d'influence sur les défauts cristallins, lacunes et dislocations. Nous pouvons donc espérer étudier ces défauts presque « à l'état pur ».

D'autre part, comme nous le verrons au chapitre II, l'erreur expérimentale dans l'étude des lacunes et des dislocations par mesure de résistivité électrique augmente rapidement avec la concentration en impuretés.

Les aluminiums de « zone fondue » nous ont permis d'avoir une grande précision dans ce travail.

Nous avons pu en outre étudier l'influence des impuretés dans un large domaine (10 à 200 p. p. m.) en utilisant toujours des aluminiums assez purs.

Le tableau suivant donne les analyses chimiques des principaux aluminiums que nous avons étudiés.

Analyse des aluminiums.
(teneurs en p. p. m.).

Provenance	Titre conventionnel ⁽¹⁾ (p. 100)	Cu	Fe	Si	Na	Zn	Mg	N
Zone fondue	99,999 (+)	0,06	4	3	0,2		—	5 à 6
Double électrolyse (méthode R. Gadeau)	99,997 (+)	2	3	15	4		—	1 à 2
Double électrolyse	99,992 (++)	4	25	37	6	5	1,5	1 à 2
Raffiné	99,98 (++)	60	20	40	4	60	—	—

⁽¹⁾ Titre conventionnel adopté par mesure de résistivité résiduelle (+) (10) ou par analyse chimique (++) .

Ces analyses, réalisées par Albert (2) au laboratoire de Vitry, ont surtout été faites par radiochimie après irradiation dans une pile atomique.

CHAPITRE II

Détermination des résistivités électriques aux très basses températures.

Nous examinerons d'abord les hypothèses et le choix des conditions expérimentales qui interviennent dans nos déterminations de la résistivité électrique des imperfections. Nous étudierons ensuite l'appareil utilisé pour ces mesures.

Caron avait déjà réalisé un exemplaire de cet appareil pour son travail sur la recristallisation et l'influence des impuretés sur la résistivité électrique de l'aluminium.

Nous avons dû pour nos recherches calculer les caractéristiques des divers éléments du dispositif afin d'améliorer sa précision et sa stabilité.

Principe et intérêt des mesures de résistivités électriques aux très basses températures. — La loi de Matthiessen, assez bien suivie par les métaux bons conducteurs, exprime que les vibrations thermiques du réseau et les imperfections cristallines diffusent d'une manière indépendante les électrons de conduction.

La résistivité électrique ρ_T , à la température absolue T s'écrit alors selon cette loi :

$$\rho_T = \rho_\theta(T) + \rho_r$$

ρ_θ , la résistivité idéale, qui serait celle d'un réseau sans défaut, ne dépend

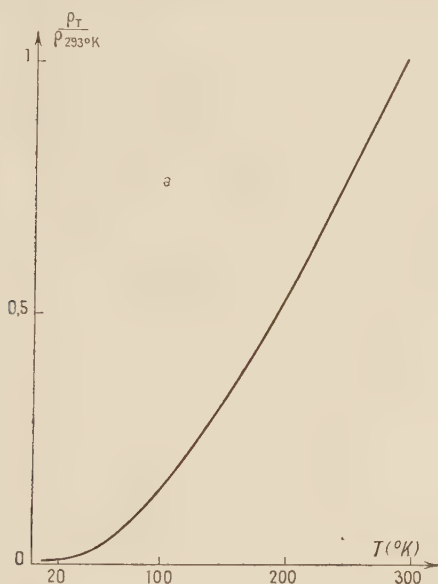


Fig. 2-1 a. — Résistivité électrique relative d'un aluminium contenant 200 p. p. m. d'impuretés.

que de la température et diminue avec elle ; ρ_r , la résistivité résiduelle indépendante de la température, est due uniquement aux imperfections.

La figure 2-1 a montre la variation de la résistivité électrique, en fonction de la température (2°4 K-300° K), d'un aluminium contenant 200 p. p. m. d'impuretés.

La figure 2-1 b permet de comparer entre 2°4 K et 80° K la résistivité de deux aluminiums de puretés différentes pour lesquels ρ_r varie dans les mêmes limites que dans notre étude. La loi de Matthiessen indique alors que la différence de résistivité des deux aluminiums ne doit pas dépendre de la température.

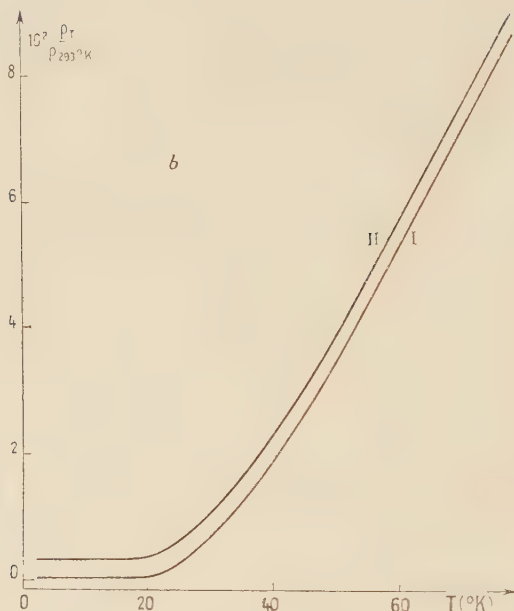


Fig. 2-1 b. — Résistivité électrique relative entre $2^\circ K$ et $80^\circ K$.

I : Aluminium de zone fondue (10 p. p. m. d'impuretés).

II : Aluminium contenant 200 p. p. m. d'impuretés.

Notre procédé de mesure, peu précis dans ce cas, ne nous permet une vérification de cette loi qu'à 10 p. 100 près, ce qui nous suffira par la suite. Cet exemple nous montre de plus que de faibles concentrations de défauts donnent à la résistivité résiduelle, aux très basses tempé-

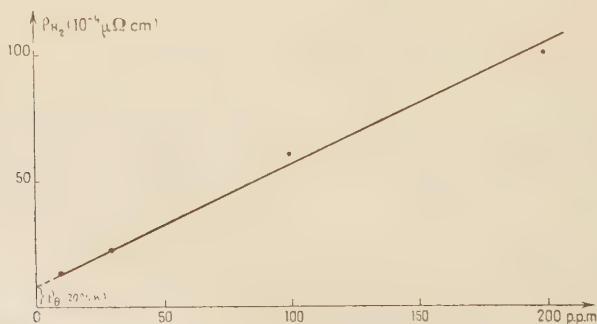


Fig. 2-2. — Influence des impuretés sur la résistivité électrique à $20^\circ K$ de l'aluminium.

ratures, une grande importance relative vis-à-vis de la résistivité idéale.

La figure 2-2 où ρ_r est modifié par la présence d'impuretés donne une idée des valeurs de ρ_θ et de ρ_r à 20°4 K (10).

L'étude de ρ_r est donc d'autant plus facile que la température est plus basse. L'emploi de l'hélium liquide (4°2 sous 760 mm Hg) semblait indiqué pour ces mesures. Mais nos expériences demandaient des déterminations fréquentes de résistivités, alternées avec des traitements à des températures plus élevées. Chaque mesure aurait entraîné une vaporisation d'hélium liquide incompatible avec la nécessité de récupérer ce gaz coûteux et contingenté.

Nous avons donc utilisé l'hydrogène liquide (20°4 K sous 760 mm Hg) dont le prix n'impose pas la récupération (1).

D'autre part, l'expérience (10) et la théorie (40) indiquent que lorsqu'elle est faible, la résistivité résiduelle est une fonction linéaire de la concentration c des différentes imperfections :

$$\rho_r = \sum_i A_i \cdot c_i.$$

Cette relation implique que les défauts agissent indépendamment les uns des autres et que leur répartition est homogène. Nous supposons qu'elle est encore vraie malgré les différences de concentrations locales que nous avons pu rencontrer et qu'elle nous permet d'atteindre les valeurs moyennes des concentrations des imperfections dans l'échantillon.

En résumé, nous admettrons que la résistivité électrique est donnée par :

$$\rho_T = \rho_\theta(T) + \sum_i A_i \cdot c_i$$

où $\rho_\theta(T)$ est indépendant de la concentration en défauts du réseau. Nous supposons de plus, d'après la loi de Matthiessen, que les coefficients A_i sont constants en fonction de la température ; ceci n'intervient d'ailleurs que dans les termes correctifs de notre méthode de mesure.

(1) L'hydrogène liquide nous a été surtout fourni par le liquéfacteur du Laboratoire Aimé-Cotton à Bellevue. Cet appareil a été construit par M. R. Spöndlin que nous remercions pour son aide et l'intérêt amical qu'il a porté à ce travail. Nous remercions également MM. Berthelot et Prugnes du Commissariat à l'Énergie Atomique de nous avoir aussi procuré de l'hydrogène liquide.

Etude de la méthode de mesure. — Principe de la méthode. — Comme nous allons le montrer, un procédé particulièrement commode pour suivre les variations de ρ_r consiste à rapporter la résistance électrique d'un échantillon à 20°4 K à celle qu'il présente à une température plus élevée.

Nous avons choisi pour cette dernière température celle de l'ébullition de l'azote (77°4 K sous 760 mm Hg) car elle est bien définie et suffisamment basse pour que les phénomènes étudiés n'y évoluent pas sensiblement.

Si R_T est la résistance de l'échantillon à la température T, nous avons, en supposant homogène la résistivité de l'échantillon :

$$\frac{R_{H_2}}{R_{N_2}} = \frac{\rho_{H_2}}{\rho_{N_2}} \frac{\int_0^L \left(\frac{dl}{S(l)} \right)_{H_2}}{\int_0^L \left(\frac{dl}{S(l)} \right)_{N_2}}$$

où $\int_0^L \left(\frac{dl}{S(l)} \right)$ est le facteur de forme de l'échantillon de longueur L et de section S(l).

$\alpha_{N_2}^{N_2}$ ($\simeq 20 \cdot 10^{-6}$) étant le coefficient linéaire de dilatation thermique de l'aluminium entre 20° et 80° K.

$$\frac{R_{H_2}}{R_{N_2}} = \frac{\rho_{H_2}}{\rho_{N_2}} [1 + \alpha_{N_2}^{N_2} (T_{N_2} - T_{H_2})] = \frac{\rho_{H_2}}{\rho_{N_2}} (1 + 1,2 \cdot 10^{-3}).$$

Nous pouvons donc écrire à la précision de ces mesures ($5 \cdot 10^{-3}$).

$$\frac{R_{H_2}}{R_{N_2}} = \frac{\rho_{H_2}}{\rho_{N_2}} = P.$$

Nous étudierons plus loin la détermination expérimentale de ce rapport.

Si nous pouvions négliger à 77° K la résistivité résiduelle devant la résistivité idéale, une variation $\Delta \rho_r$ de résistivité résiduelle serait directement proportionnelle à la variation ΔP correspondante :

$$\Delta \rho_r = \rho_0(N_2) \cdot \Delta P$$

$\rho_0(N_2)$ ayant alors la même valeur pour tous les aluminiums. Mais $\frac{\rho_r}{\rho_0(N_2)}$ pouvant atteindre $5 \cdot 10^{-2}$ nous devons en général faire une correction que nous examinerons au paragraphe suivant.

Un intérêt évident de ce procédé de mesure est d'éviter la connaissance du facteur de forme de l'échantillon. On peut ainsi faire des déterminations successives de résistivités sans que dans chaque expérience la partie mesurée de l'échantillon soit géométriquement identique. Ceci est très important lorsque des traitements nécessitent d'enlever l'échantillon de l'appareil de mesure. De plus, ces traitements peuvent

modifier le facteur de forme d'une manière très délicate à estimer. Ce serait le cas par exemple d'une déformation plastique non homogène, d'une dissolution ou d'une oxydation superficielle amenant la formation d'un isolant.

Notre méthode de mesure nous laisse donc une sécurité et une liberté très grandes de manipulation.

Corrections et causes d'erreurs de la méthode de mesure. — Les corrections et les causes d'erreurs autres que celles introduites par la mesure elle-même ($\frac{dP}{P} \simeq 5 \cdot 10^{-3}$) ont deux origines : les variations des températures de référence et le fait que nous ne pouvons pas négliger ρ_r à la température de l'azote liquide.

Variation de la température d'ébullition de l'azote et de l'hydrogène liquides avec la pression. — Pour des valeurs de la pression P autour de la pression atmosphérique :

$$\left(\frac{dT}{dP}\right)_{N_2} \simeq 12 \cdot 10^{-3} \text{ } ^\circ(\text{mm Hg})^{-1} \quad \text{et} \quad \left(\frac{dT}{dP}\right)_{H_2} \simeq 4 \cdot 10^{-3} \text{ } ^\circ(\text{mm Hg})^{-1}$$

en prenant $\frac{1}{\rho_\theta} \frac{d\rho_\theta}{dT} = 4 \cdot 10^{-3}$ pour l'aluminium à 77° K et à 20° K nous avons :

$$\left[\frac{1}{\rho_\theta} \frac{d\rho_\theta}{dP}\right] = \begin{cases} 50 \cdot 10^{-6} \text{ } (\text{mm Hg})^{-1} & \text{à } 77^\circ \text{ K} \\ 4 \cdot 10^{-6} \text{ } (\text{mm Hg})^{-1} & \text{à } 20^\circ \text{ K.} \end{cases}$$

Ces corrections, que l'on pourrait d'ailleurs faire, sont inférieures à 10^{-3} pour des variations très importantes de pression atmosphérique de 20 mm Hg. Nous les négligerons.

Température d'ébullition des mélanges d'azote et d'oxygène liquides. — L'azote liquide peut contenir de l'oxygène, soit du fait d'une distillation incomplète de l'air liquide, soit par condensation de l'oxygène de l'air.

La présence d'oxygène modifie la température d'ébullition du mélange. Pour de faibles concentrations c d'oxygène (sous 760 mm Hg) :

$$\frac{dT}{dc} \simeq 0,05 \text{ } ^\circ(\text{p. } 100 \text{ O}_2)^{-1}$$

donc :

$$\left[\frac{1}{\rho_\theta} \frac{d\rho_\theta}{dc}\right] \simeq 2 \cdot 10^{-4} \text{ } (\text{p. } 100 \text{ O}_2)^{-1}.$$

A condition de conserver les réservoirs d'azote liquide en légère surpression au moyen d'une soupape, la concentration en oxygène peut être maintenue inférieure à 5 p. 100 ce qui permet de ne pas faire cette correction délicate.

Les solubilités dans l'hydrogène liquide sont trop faibles pour que l'on ait à en tenir compte.

Influence de φ_r à la température de l'azote liquide. — Nous avons déjà signalé qu'à la précision de nos mesures la résistivité résiduelle des aluminiums n'est pas négligeable devant la résistivité idéale à 77° K.

Nous aurons dans notre travail à déterminer deux catégories de grandeurs reliées au nombre :

$$P = \frac{\varphi_{H_2}}{\varphi_{N_2}}$$

que nous mesurons.

La première interviendra quand nous voudrons apprécier l'influence absolue d'une imperfection sur la résistivité ; la seconde quand nous voudrons relier la résistivité aux variations relatives de la concentration d'un défaut.

Dans l'expression de la résistivité, isolons l'influence Ac du défaut étudié :

$$\rho_T = \rho_0(T) + Ac + \sum_i A_i \cdot c_i = Ac + \rho'(T)$$

où $\rho'(T)$ est la partie de la résistivité qui ne dépend pas de l'imperfection considérée.

Nous mesurons :

$$P = \frac{\rho'_{H_2} + Ac}{\rho'_{N_2} + Ac}$$

donc :

$$P = \frac{\varphi'_{H_2}}{\varphi'_{N_2}} \quad Ac = \frac{\varphi'_{H_2}}{(1 - P)} \cdot \rho'_{N_2}$$

Dans l'expression précédente $\frac{\varphi'_{H_2}}{\varphi'_{N_2}} = P'$ représente le rapport P du métal dans lequel le défaut que l'on étudie est éliminé, les autres étant conservés.

Finalement :

$$Ac = \frac{P - P'}{(1 - P)} \cdot \rho'_{N_2}$$

Remarque. — L'erreur relative que l'on commet sur Ac est approximativement, P étant petit devant 1 :

$$\frac{d(Ac)}{Ac} = \frac{P + P'}{(P - P')} \delta$$

δ représente l'erreur relative constante $\frac{dP}{P}$ que l'on fait dans la mesure de P .

Pour une même concentration du défaut étudié, c'est-à-dire à $P - P'$

constant, l'erreur $\frac{d(Ac)}{(Ac)}$ augmente comme $P + P'$ donc avec la concentration en impuretés et autres défauts du métal.

Ainsi avec un aluminium préparé par zone fondue, nos mesures sont de 3 à 7 fois plus précises (suivant les valeurs de $P - P'$) qu'avec un aluminium contenant 200 p. p. m. d'impuretés.

Influence absolue des imperfections sur la résistivité. — Nous voulons déterminer Ac en valeur absolue soit pour suivre la variation de la résistivité liée à un changement de concentration d'un défaut, soit pour obtenir, connaissant c , l'influence d'une imperfection sur la résistivité.

Il faut alors connaître P' et ρ'_{N_2} . P' s'obtient après avoir éliminé le défaut que l'on étudie, ρ'_{N_2} se détermine en mesurant par la même méthode, sur une série d'échantillons où l'on fait varier ρ_r par des

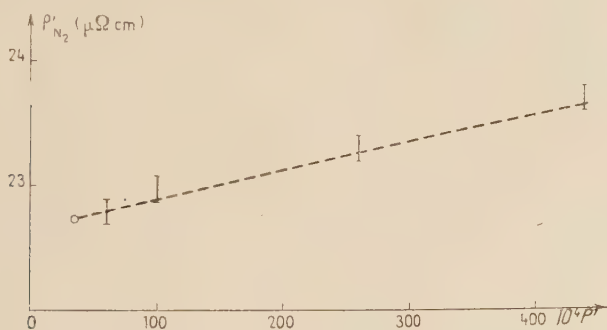


Fig. 2-3. — Relation entre ρ'_{N_2} et P' .

I : Valeurs expérimentales.

- - - : Droite $\rho'_{N_2} = \rho_\theta(N_2) (1 + P' - P_\theta)$ calculée à partir de $\rho_\theta(N_2)$ extrapolé des valeurs expérimentales de ρ'_{N_2} pour $P' = P_\theta$ (fig. 2-2).

impuretés, le rapport $\frac{\rho'_{N_2}}{\rho'_{293^\circ \text{ K}}} \cdot \rho'_{293^\circ \text{ K}}$ est obtenu en appliquant la loi de Matthiessen à partir de :

$$\rho_\theta(293^\circ \text{ K}) = 2,653 \mu\Omega \text{ cm.}$$

Cette valeur est déduite des résultats de Taylor (44) qui donne pour résistivité d'un aluminium pur à 99,996 p. 100 :

$$\rho(293^\circ \text{ K}) = 2,6548 \mu\Omega \text{ cm}$$

et de ceux de Caron sur la résistivité résiduelle des impuretés (fig. 2-2)

Nous avons porté sur la figure 2-3 :

$$\rho'_{N_2} = \left(\frac{\rho'_{N_2}}{\rho'_{293^\circ \text{ K}}} \right)_{\text{mesuré}} \cdot \rho'_{293^\circ \text{ K}}$$

pour plusieurs valeurs de P' .

La loi de Matthiessen donne (pour P' petit) :

$$\rho'_{N_2} = \rho_0(N_2) \frac{1 - P_0}{1 - P'} \simeq \rho_0(N_2) [1 + P' - P_0]$$

avec :

$$P_0 = \frac{\rho_0(H_2)}{\rho_0(N_2)}.$$

La vérification de cette relation linéaire est satisfaisante (fig. 2-3).

Variation relative de la concentration d'une imperfection. — Pour suivre l'élimination d'un défaut nous rapporterons sa concentration c à un moment donné à celle c_0 qu'il avait au moment de la première mesure. Nous utiliserons les notations qui nous serviront dans nos études cinétiques.

Soient c_0 , c_t , c_∞ et P_0 , P_t , P_∞ les concentrations de l'imperfection et les nombres P au temps $t = 0$, t , et $t \rightarrow \infty$. Pour des temps très longs le défaut est complètement éliminé : $c_\infty = 0$.

Nous avons :

$$\frac{c_t}{c_0} = \frac{P_t - P_\infty}{P_0 - P_\infty} \frac{(1 - P_0)}{(1 - P_t)}.$$

Posons :

$$P - P_\infty = \Delta P_t \quad \text{et} \quad P_0 - P_\infty = \Delta P_0.$$

Comme P_0 sera toujours inférieur à 0,05 dans nos expériences nous pouvons écrire :

$$\frac{c_t}{c_0} = \frac{\Delta P_t}{\Delta P_0} [1 - (P_0 - P_t)].$$

Le terme correctif $P_0 - P_t$, nul au début de l'élimination du défaut, augmente avec le temps pour atteindre au maximum dans notre travail la valeur $\Delta P_0 = 0,02$.

Cette correction interviendra dans nos expériences les plus précises.

Nous remarquerons enfin que, si les défauts s'éliminent en donnant d'autres imperfections dont l'influence sur la résistivité est proportionnelle à la concentration des défauts éliminés, les relations précédentes restent valables.

Appareil de mesure des résistivités électriques. — Introduction. —

Nous avons à mesurer :

$$P = \frac{R_{H_2}}{R_{N_2}} = \frac{V_{H_2}}{V_{N_2}} \cdot \frac{I_{N_2}}{I_{H_2}}.$$

Où V et I sont la chute de potentiel dans l'échantillon et l'intensité qui y circule.

La résistance électrique des fils que nous mesurons est très faible, malgré leur longueur (150 mm) et leur faible diamètre (0,43 mm).

$$R_{N_2} \simeq 2,3 \cdot 10^{-3} \, \Omega \quad \text{et} \quad 1,2 \cdot 10^{-5} \, \Omega < R_{H_2} < 10^{-4} \, \Omega$$

suivant la pureté.

Des intensités assez fortes, que nous avons limitées à 0,5 A, pour des questions de précision et de sécurité, conduisent à des différences de potentiel de l'ordre de 3 à 6 μ V.

La mesure des différences de potentiel est donc délicate alors que celle des intensités ne présente pas de difficulté.

Nous avons opéré à :

$$\frac{V_{H_2}}{V_{N_2}} \sim I$$

ceci pour éviter les défauts de linéarité de l'appareil le plus sensible.

Les intensités I_{N_2} et I_{H_2} sont lues sur un milliampèremètre de précision, à plusieurs sensibilités (3, 10, 30, 100, 300, 1 000 mA).

Pour obtenir $\frac{V_{H_2}}{V_{N_2}}$ nous avons employé un amplificateur galvanométrique à contre-réaction. Un appareil de ce type s'inspirant de celui utilisé par MacDonald (30) avait déjà été réalisé par Caron conseillé par Spöndlin (10).

La figure 2-4 montre le schéma de l'appareil.

Le circuit d'alimentation (1) de l'échantillon E comprend une batterie d'accumulateurs (6 V), une résistance variable à décades (0,1 à $10^5 \Omega$) pour régler l'intensité I. Ce circuit contient le milliampèremètre mA pour la mesure des intensités, une clé qui court-circuite l'ensemble (2) et (3) et un inverseur.

Les circuits (2) et (3) constituent l'appareil de mesure des différences de potentiel. Le circuit (2) comprend un galvanomètre G_1 dont la déviation permet une amplification du courant i_1 qui le traverse. Cette amplification est réalisée par un système optique que nous décrirons au paragraphe suivant et par deux cellules photoélectriques au sélénium, recevant chacune à l'équilibre, la moitié du flux lumineux réfléchi par le miroir du galvanomètre G_1 .

Le circuit (3) comprend les cellules photoélectriques montées en opposition et un galvanomètre G_2 dont la déviation permet de mesurer V. G_2 est shunté pour que son mouvement périodique soit très amorti.

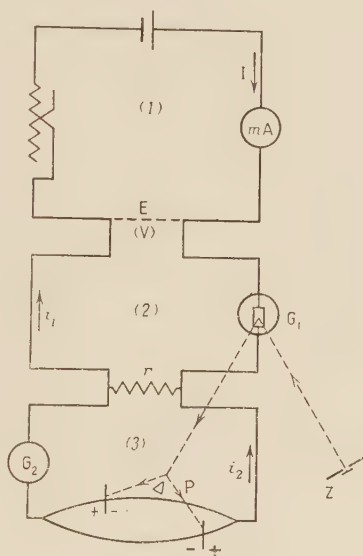


Fig. 2-4. — Schéma électrique de l'appareil de mesure des résistivités aux très basses températures.

La résistance r couple les circuits (2) et (3) et assure la contre-réaction de l'ensemble.

Nous étudierons plus loin la sensibilité et la stabilité du montage.

Système d'amplification. — Il comprend (fig. 2-5) une lampe à arc de zirconium Z (LMT AC — 100 watts, dont la cathode donne un petit disque de 2 mm de diamètre d'une brillance très homogène. Une lentille convergente L_1 de 10 dioptries située à 10 cm environ de cette source en donne une image de 2 cm de diamètre sur le miroir M du galvanomètre G_1 placé à 100 cm de L_1 .

Une fente F verticale (1×4 cm), réglable latéralement et une cuve à faces parallèles contenant une solution de SO_4Cu (3 g Cu pour 1 000)

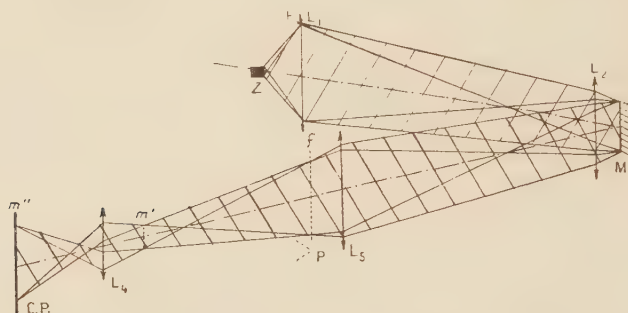


Fig. 2-5. — Schéma du montage optique de l'appareil.

pour protéger les cellules photoélectriques des rayons infrarouges sont disposées devant L_1 .

La bonnette L_2 du galvanomètre G_2 (1 dioptrie) forme l'image f de la fente F sur l'arête du prisme aluminisé P qui la divise en deux parties égales quand aucun courant ne circule dans G_1 . Le prisme est à 100 cm environ devant G_1 . Une lentille convergente L_3 (3 dioptries) située devant le prisme P donne sur chaque moitié du faisceau une image (m') du miroir de G_1 . Ces images de quelques millimètres de dimensions sont reprises par des lentilles L_4 très convergentes (25 dioptries) qui en forment une image m'' , avec une grande latitude de grandissement, sur chaque cellule photoélectrique C. P. (LMT 45 mm de diamètre). Le système optique est placé dans un coffre qui le protège de la lumière extérieure.

L'intérêt de ce montage optique est de former sur chaque cellule photoélectrique l'image du miroir M de G_2 . Les dimensions de cette image varient très peu pour les faibles rotations de M. Dans ces conditions, seul l'éclairement de l'image peut varier et la partie de la cellule photoélectrique éclairée est toujours la même. On évite ainsi les incon-

vénients de variation de pouvoir photoélectrique des cellules d'un endroit à l'autre.

La résistance électrique du circuit étant en général faible devant celle des cellules, leur réponse est à peu près linéaire pour les variations d'éclairement qui interviennent.

Le courant i_2 débité sera alors proportionnel à la différence des flux lumineux reçus par les cellules, donc à la rotation β du miroir de G_1 .

$$i_2 = p\beta = \frac{p\beta}{i_1} \cdot i_1 = p\sigma_1 i_1 = Mi_1$$

σ_1 étant la sensibilité du galvanomètre G_1 de résistance interne g_1 , M se détermine approximativement en mesurant les déviations de G_1 pour une même différence de potentiel V dans le montage normal (β_I) et lorsque le circuit (3) est débranché (β_{II}), on obtient :

$$M = \frac{\beta_{II} - \beta_I}{\beta_I} \cdot \frac{(g_1 + r)}{r} \simeq 4\,500$$

et finalement avec $\sigma_1 = 12 \cdot 10^5$ radians (I cgs μ)⁻¹

$$p \simeq 4 \cdot 10^{-3} \text{ I cgs } \mu \text{ (radian)}^{-1}.$$

Le pouvoir amplificateur p varie comme le flux lumineux par unité de largeur de l'image de la fente F sur le prisme P ; il est indépendant de la sensibilité du galvanomètre G_1 .

Pour obtenir p grand il faut donc une source intense placée près de la fente F et un miroir du galvanomètre G_1 qui limite le moins possible le faisceau lumineux ; p augmente aussi avec la hauteur de la fente F , mais non avec sa largeur.

Sensibilité et stabilité de l'appareil. — Nous connaissons la sensibilité du montage en faisant son étude statique et ses conditions de stabilité à l'aide de l'étude dynamique.

Sensibilité. — La loi de Kirchhoff appliquée au circuit (2) donne :

$$V = (r + g_1)i_1 + ri_2$$

avec :

$$i_2 = Mi_1$$

on obtient :

$$V = \left[\frac{r + g_1}{M} + r \right] i_2$$

g_1 et r valant au maximum quelques dizaines d'ohms, nous pouvons négliger $r + g_1$ devant Mr , ce qui conduit au résultat très simple :

$$i_2 = \frac{V}{r}.$$

Dans ces conditions, la sensibilité en volts de l'appareil dépend donc de la sensibilité du galvanomètre G_2 et de r , et non du pouvoir amplificateur et des caractéristiques de G_1 . La sensibilité du montage augmente quand r diminue mais sa stabilité diminue alors. La résistance d'entrée de l'ensemble, Mr , est très grande. Nous avons choisi pour G_2 , un galvanomètre Kipp (Zernike A 16) dont la sensibilité moyenne est de 10^{-9} A/mm à 1 m. Pour $r = 1$ ohm, ce qui assure une stabilité encore assez bonne, la sensibilité est donc de 10^{-9} V (mm) $^{-1}$ à 1 m.

Cet appareil possède donc à la fois une très grande sensibilité et la possibilité de la faire varier facilement dans un large domaine en modifiant la valeur de r .

Dynamique du mouvement et stabilité de l'appareil. — Les principales causes d'instabilité sont au nombre de trois : la variation du pouvoir amplificateur par suite de l'instabilité de l'alimentation de la lampe à arc de zirconium, les chocs et les oscillations lentes du support de l'appareil et finalement la possibilité d'oscillations entretenues venant des capacités (quelques 10^{-1} μ F) des cellules photoélectriques.

La variation de M entraîne d'après les relations de l'étude statique une variation relative de i_2 :

$$\frac{di_2}{i_2} = \frac{dM}{M} \frac{r + g_1}{Mr}$$

qui sera en général très faible pour g_1 et r de quelques dizaines d'ohms. Il faudrait donc pouvoir choisir g_1 petit et M grand.

L'étude de l'équation du mouvement du galvanomètre G_1 renseigne sur l'influence des deux autres causes d'instabilité.

Nous avons pris pour circuit équivalent du montage, celui donné par le schéma (2.6). E représente la force électromotrice (proportionnelle à β), S la résistance et C la capacité du système formé par les deux cellules.

En négligeant l'influence du galvanomètre G_2 , on obtient, après simplification, pour le mouvement oscillatoire du galvanomètre G_1 :

$$I_1 \frac{d^2\beta}{dt^2} + \left(\frac{\Phi_1^2}{r + g_1} - \frac{\Phi_1 C p g_1 r^2}{(r + g_1)^2} \right) \frac{d\beta}{dt} + \frac{\Phi_1 p r}{g_1 + r} = 0$$

I_1 et Φ_1 sont le moment d'inertie et le flux magnétique de G_1 .

Le système entre en oscillations entretenues, ce qu'il faut absolument éviter pour :

$$\Phi_1(r + g_1) - p g_1 C r^2 \leq 0.$$

Cette inégalité détermine une valeur de r à ne pas dépasser.

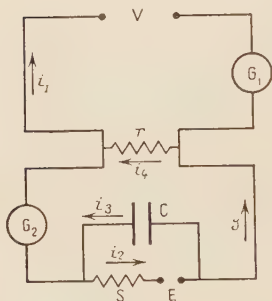


Fig. 2-6. — Circuits équivalents de l'appareil de mesure des différences de potentiel.

La période du galvanomètre G_1 :

$$T = 2\pi \sqrt{\frac{I_1(r + g_1)}{p\Phi_1 r}}$$

est de l'ordre de 0,3 sec. Elle est toujours petite devant celle de G_2 (environ 3 sec).

On peut, d'autre part, montrer que la stabilité aux chocs et aux oscillations du support augmente avec r , p et Φ_1 ; elle augmente aussi quand g_1 diminue.

En conclusion : le galvanomètre G_2 détermine avec la résistance de couplage r , la sensibilité du montage $i_2 = \frac{V}{r}$; G_2 doit être sensible et avoir une période courte pour diminuer le temps de mesure. Sa résistance interne doit être faible pour ne pas trop réduire la résistance critique r d'entretien des oscillations.

Le galvanomètre G_1 commande la stabilité de l'ensemble. Son flux magnétique doit être grand et sa résistance interne faible. Son miroir doit être très stable mécaniquement et cela même aux dépens d'un couple de rappel et d'un moment d'inertie élevés. De plus, le miroir de G_2 ne doit pas trop limiter le faisceau lumineux.

Le flux lumineux doit être aussi intense que possible (p grand) à condition que le système ne rentre pas en résonance.

Précision et conduite des mesures. — Nous avons fait chaque détermination du rapport P pour trois valeurs différentes de V , correspondant à des déviations de 100 mm, 150 mm et 200 mm du galvanomètre G_2 , nous avons pris la moyenne pondérée (2, 3, 4) des trois résultats de mesures.

L'erreur relative sur P , légèrement supérieure à 0,5 p. 100 est en accord avec celle que l'on peut calculer à partir des incertitudes de lectures.

Les fils sont placés sur un support en aluminium pour éviter les différences de dilatation thermique entre le fil et le support. Les bornes de contact sont fixées sur des plaquettes de Téflon ce qui permet de porter l'ensemble à des températures de l'ordre de 100° C.

Les fils, de 20 cm de longueur et de 0,43 mm de diamètre sont obtenus par tréfilage (de 0,93 mm à 0,43 mm) d'ébauches dont la section a déjà été diminuée d'un facteur 3 dans un laminier à gorges. Ainsi les fils présentent une texture de tréfilage $[111]$ très accentuée (fig. 4-2-1) ; après recuit à température élevée la texture de recristallisation $[001]$ est moins prononcée (fig. 4-2 III). Les fils sont donc constitués d'empilements de petits cristaux ayant une direction $[001]$ à $\pm 15^\circ$ de l'axe du fil (fig. 4-1).

CHAPITRE III

Cinétique de l'élimination des lacunes.

Introduction. — Nous avons montré au chapitre premier que les lacunes maintenues en sursaturation à la température ordinaire par une trempe à l'air s'éliminent entièrement, aux erreurs d'expérience près, avec une vitesse qui augmente très sensiblement avec la densité de dislocations du métal.

Les lacunes en sursaturation sont donc captées par les dislocations jusqu'à ce que la concentration d'équilibre thermique à la température ambiante soit atteinte. Cette concentration de l'ordre de 10^{-10} est au moins 10^3 fois plus petite que celle que nous pouvons déceler expérimentalement : nous la négligerons.

Suivant la valeur de l'énergie d'interaction lacune-dislocation, la diffusion des lacunes sera influencée par l'attraction des dislocations à une distance plus ou moins grande.

Nous avons essayé dans ce chapitre d'expliquer nos résultats expérimentaux par des hypothèses simples sur le mouvement des lacunes dans le réseau.

Nous négligerons d'abord la présence des joints de grains et de la surface de l'échantillon qui peuvent, ainsi que les dislocations, absorber des lacunes ; nous justifierons ensuite cette approximation.

Pour des énergies d'interaction lacune-dislocation faibles nous pouvons supposer que les lacunes diffusent au hasard dans le réseau et qu'elles sont éliminées rapidement quand elles rencontrent de petits tubes fictifs qui entourent les dislocations. Nous avons résolu l'équation générale de la diffusion en coordonnées cylindriques, en admettant que toutes les dislocations sont identiques, linéaires, parallèles et régulièrement réparties dans le cristal. Si la vitesse d'élimination est proportionnelle à la concentration des lacunes près des cylindres de capture qui entourent les dislocations, nous avons trouvé, avec une très bonne approximation, que la concentration des lacunes doit diminuer exponentiellement avec le temps. On peut retrouver plus intuitivement ce résultat en supposant que les lacunes s'éliminent avec une probabilité constante dans le temps, quand elles rencontrent les tubes de capture.

Nos expériences, nous le verrons, ne nous ont pas donné la confirmation de cette hypothèse.

Nous avons alors supposé que les lacunes étaient soumises dans tout le volume du métal à l'attraction des dislocations, ce qui nous a permis d'expliquer convenablement l'ensemble de nos résultats.

Il était très important pour cette étude de cinétique de connaître

le moment où commence l'élimination des lacunes. Ceci ne nous a pas semblé possible dans le cas des lacunes conservées par trempe à l'air car une élimination importante et variable d'une expérience à l'autre se produit déjà pendant le refroidissement. Des trempes à l'eau, plus rapides, introduisent des phénomènes supplémentaires et des déformations qui en accélérant beaucoup la restauration empêchent une étude précise (chap. V).

Dans le cas des lacunes formées pendant une déformation plastique, le début de l'élimination est bien déterminé mais la concentration des lacunes est alors faible, ce qui rend les expériences délicates.

Aussi avons-nous opéré de la manière suivante. Après une trempe à l'air qui permet d'avoir une grande concentration de lacunes, nous déformons légèrement par traction l'éprouvette à la température ordinaire. Nous considérons alors que le début de l'élimination coïncide avec la fin de la déformation plastique (48).

Avec ces conditions opératoires nos résultats ont été très reproductibles et nous ont permis de comprendre les phénomènes un peu particuliers que nous avons rencontrés dans les cinétiques d'élimination des lacunes après trempe à l'air sans déformation, ou bien après déformation plastique seule.

Élimination des lacunes après trempe à l'air et déformation plastique. — **Faits expérimentaux.** — Nous avons surtout fait cette étude sur un aluminium contenant 30 p. p. m. d'impuretés (99,997 p. 100). Nous n'avons pas choisi un aluminium plus pur pour limiter, pendant l'élimination des lacunes, le réarrangement des dislocations produites par la déformation plastique.

Les fils une fois trempés à l'air étaient fixés par une seule extrémité aux bornes inférieures du support de l'appareil de mesure de résistivité électrique ; nous les déformions ensuite par traction de l'extrémité libre et nous les plongeons, quelques dixièmes de seconde après la fin de l'allongement, dans un Dewar contenant de l'azote liquide. Les bornes de mesures supérieures étaient serrées en les maintenant juste au-dessus du niveau de l'azote liquide. La première mesure de résistivité électrique était faite immédiatement après. L'erreur sur l'origine des temps, certainement inférieure à une seconde, a alors une influence négligeable.

Les courbes 3-1 I et II montrent la variation relative $\frac{c}{c_0}$ des concentrations des lacunes au temps t et au temps $t = 0$ pour des fils allongés de 9 p. 100 et 3,5 p. 100 respectivement.

Nous avons considéré que l'élimination des lacunes est complètement terminée après 24 heures. Ces expériences ont été faites à la température de $17^\circ \pm 0.2^\circ \text{C}$.

La vitesse d'élimination des lacunes augmente avec l'écroutissage.

Nous avons essayé de représenter ces courbes par une équation de la forme :

$$c = c_0 \exp [-A(t)^m] \quad A = \text{constante.}$$

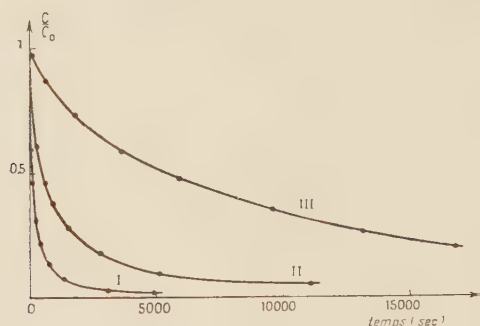


Fig. 3-1. — Variation de $\frac{c}{c_0}$ en fonction du temps à 17° C.

I : Après trempe à l'air et 9 p. 100 d'allongement.

II : Après trempe à l'air et 3,5 p. 100 d'allongement.

III : Après trempe à l'air, sans allongement.

Les logarithmes permettent de transformer l'équation précédente en :

$$\log_{10} \left(-\log_{10} \frac{c}{c_0} \right) = \log_{10} \log_{10} e + \log_{10} A + m \log_{10} t$$

$e = \text{base des logarithmes népériens.}$

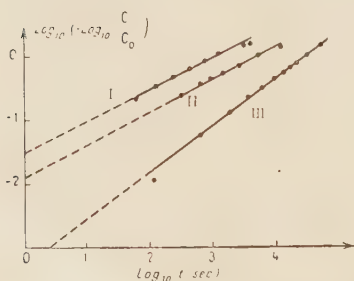


Fig. 3-2.

Représentation logarithmique
des courbes de la figure 3-1.

$\log_{10} \left(-\log_{10} \frac{c}{c_0} \right)$ varie alors linéairement en fonction de $\log_{10} t$. La pente de la droite est le coefficient m .

Les figures 3-2 I et II montrent ce que deviennent les courbes 3-1 I et II avec ce système de représentation.

L'alignement des points expérimentaux est très satisfaisant sauf pour :

$$\frac{c}{c_0} < 0,1, \quad \left(\log_{10} \left(-\log_{10} \frac{c}{c_0} \right) > 0 \right).$$

Les points expérimentaux sont alors systématiquement, dans toutes nos expériences, légèrement en dessous de la droite extrapolée. Nous interpréterons plus loin ce résultat au paragraphe par une restauration des dislocations.

Nous voyons de plus que le coefficient m , dans ces conditions est très voisin de 0,5 (0,49 à 0,54 pour 9 expériences).

Interprétation des résultats. — Nous avons envisagé pour expliquer les résultats précédents une théorie analogue à celle faite par Cottrell et Bilby (15) pour le déplacement des atomes de carbone vers les dislocations dans le fer α .

En négligeant l'effet de taille des lacunes, nous avons vu que l'énergie d'interaction des lacunes et des dislocations décroît comme le carré des contraintes exercées par les dislocations donc comme $\frac{1}{r^2}$, r étant la distance de la lacune à la dislocation, cette énergie d'interaction W exerce donc sur la lacune une force :

$$F = - \text{grad } W$$

qui l'attire vers la dislocation, avec une vitesse :

$$v = \frac{D_L F}{kT}$$

on arrive à cette formule en remarquant que la force F augmente la probabilité d'un saut de la lacune dans sa direction au détriment de la probabilité dans la direction opposée. F diminue ou augmente, suivant la direction du saut, de $\frac{Fb}{2}$ l'énergie thermique nécessaire pour que la lacune franchisse la barrière d'énergie située à $\frac{b}{2}$ de la position initiale.

Le nombre de sauts par seconde dans la direction de la force sera, au terme d'entropie près :

$$\frac{1}{6} v_L \exp \left(- \frac{U_{DL} - \frac{Fb}{2}}{kT} \right)$$

et dans la direction opposée :

$$\frac{1}{6} v_L \exp \left(- \frac{U_{DL} + \frac{Fb}{2}}{kT} \right).$$

La lacune prendra donc une vitesse v ,

$$b \cdot \frac{1}{6} v_L \exp \left(- \frac{U_{DL}}{kT} \right) \cdot 2 \sinh \cdot \frac{Fb}{2kT} \simeq \frac{D_L F}{kT} \text{ pour } \frac{Fb}{2kT} \text{ petit.}$$

Pour une diffusion pure, la vitesse v serait nulle.

Nous suivrons maintenant le calcul simple proposé par Coulomb et

Friedel (16) qui donne une très bonne approximation dans le cas du mouvement des atomes de carbone dans le fer α .

En négligeant les variations angulaires des contraintes des dislocations on peut écrire :

$$W = W_M \left(\frac{b}{r} \right)^2$$

ou W_M , énergie libre de liaison, est l'énergie d'interaction lorsque la lacune est au voisinage immédiat de la dislocation.

Les lacunes se dirigent donc vers les dislocations avec une vitesse moyenne (14) de l'ordre de :

$$v = \frac{2D_L | W_M | b^2}{kTr^3}$$

au temps t les lacunes situées à une distance inférieure ou égale à :

$$r = vt = \frac{2D_L | W_M | b^2}{kTr^3} \cdot t, \quad \text{soit} \quad r^4 = \frac{2D_L | W_M | b^2 t}{kT}$$

seront arrivées au centre de la dislocation.

Si n_0 est le nombre initial de lacunes par centimètre cube supposées réparties d'une manière homogène, il y aura :

$$n = n_0 \pi r^2 = n_0 \pi \left(\frac{2D_L | W_M | b^2 t}{kT} \right)^{0,5}$$

lacunes éliminées par unité de longueur de dislocation au temps t . Si ρ_D est la densité de dislocations du métal et c et c_0 les concentrations de lacunes au temps t et $t = 0$, nous avons :

$$c = c_0 \left[1 - \pi \rho_D \left(\frac{2D_L | W_M | b^2 t}{kT} \right)^{0,5} \right].$$

Le calcul précédent ne tient pas compte de la diffusion qui tend à s'opposer à l'augmentation de la concentration des lacunes près des dislocations et à l'épuisement des lacunes à partir des limites des zones d'influence de chaque dislocation ; en effet, les lacunes se dirigeant vers la dislocation la plus proche laisseraient derrière elle un cristal exempt de lacunes.

Pour remédier à ces insuffisances nous modifierons la formule précédente comme l'avait déjà fait Harper dans son étude du vieillissement du fer α par frottement interne (14) et (23). Cette modification revient à écrire que la vitesse de l'élimination des lacunes n'est plus proportionnelle à n_0 mais au nombre moyen n de lacunes par centimètre cube au temps t :

$$\frac{dn}{dt} = -n \cdot \frac{1}{2} \left(\frac{2D_L | W_M | b^2}{kTt} \right)^{0,5}$$

ce qui donne :

$$c = c_0 \exp \left[-\pi \rho_D \left(\frac{2D_L | W_M | b^2 t}{kT} \right)^{0,5} \right].$$

Cette relation, difficile à justifier quantitativement, respecte les conditions requises pour $t = 0$ et $t \rightarrow \infty$.

Pour $t = 0$, on retrouve en effet la formule qui ne tient pas compte de la diffusion et pour $t \rightarrow \infty$ la valeur asymptotique $c \rightarrow 0$ que l'on observe expérimentalement. Nous expliquons donc ainsi convenablement nos résultats.

On montre facilement que la formule précédente n'implique pas une concentration de lacunes homogène dans tout l'échantillon mais des dislocations régulièrement réparties.

Nous pouvons évaluer D_L et W_M ce qui détermine ρ_D ; la connaissance de ρ_D est déjà intéressante en soi, mais elle nous permet de plus si ρ_D a une valeur vraisemblable, de confirmer les hypothèses que nous faisons.

Nous avons obtenu D_L en étudiant l'influence de la température sur la vitesse d'élimination.

En rapprochant les résultats rappelés au chapitre 1^{er} nous obtenons pour W_M dans le cas de la dilatation d'une dislocation coin :

$$W_M \simeq \frac{1}{4\pi^2} \frac{(1+\nu)^2}{(1-\nu)^2} \mu b^3$$

$b^3 \simeq$ volume d'une lacune avec $\nu = 1/3$:

$$W_M \simeq -\frac{1}{\pi^2} \mu b^3.$$

D'autre part, on peut admettre que la lacune relaxe localement l'énergie de la dislocation (16). On a alors sensiblement pour une dislocation de forme quelconque :

$$W_M \simeq -\frac{1}{10} \mu b^3 = -0,39 \text{ eV}$$

pour l'aluminium avec :

$$\mu = 2,7 \cdot 10^{11} \text{ dynes (cm)}^{-2}$$

et :

$$b = 2,86 \cdot 10^{-8} \text{ cm.}$$

Nous garderons cette valeur du même ordre que celle donnée par la dilatation de la dislocation coin.

Nous avons donc :

$$c = c_0 \exp \left[-\pi \rho_D \left(\frac{D_L \mu b^5 t}{5kT} \right)^{0,5} \right].$$

Détermination de l'énergie de diffusion des lacunes dans l'aluminium. — La formule précédente dépend de la température par T , b et $D_L \simeq \exp \left(-\frac{U_{DL}}{kT} \right)$; μ diminue avec la température alors que b augmente. Les variations relatives de μ et b par degré se compensent à 10^{-3} près, nous les négligerons.

Le moyen le plus précis pour obtenir D_L aurait consisté à suivre complètement l'élimination des lacunes à différentes températures sur des échantillons identiques déformés de la même manière. Nous n'avons pas pu avoir des expériences suffisamment reproductibles à une température donnée, pour appliquer cette méthode.

Ceci vient sans doute de la difficulté d'allonger d'une manière identique plusieurs échantillons.

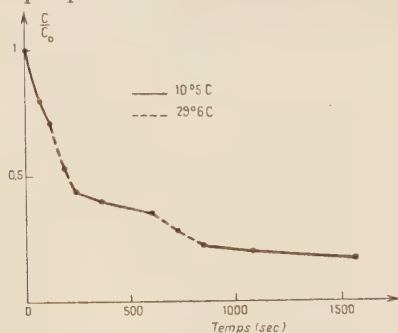


Fig. 3-3. — Influence d'un changement de température sur l'élimination des lacunes (aluminium de zone fondue allongé de 3 p. 100).

Nous avons donc suivi chaque élimination des lacunes à deux températures T_1 et T_2 ($T_2 > T_1$) en changeant de température d'évolution chaque fois que les portions de courbes monothermes étaient suffisamment précisées (fig. 3-3). Le rapport des pentes à chaque discontinuité de la courbe est égal au rapport des vitesses d'élimination aux températures T_1 et T_2 .

La détermination de la pente des tangentes n'est pas très précise. Aussi avons-nous cherché, par une affinité de l'axe

des ordonnées portant sur les parties de courbes faites à T_2 , à obtenir une courbe continue qui vérifie l'équation :

$$c = c_0 \exp [-A(t)^{0,5}].$$

En pratique nous avons construit un faisceau de courbes données par la formule précédente, pour plusieurs valeurs de A ; nous avons alors ajusté le coefficient d'affinité pour intercaler la courbe expérimentale entre deux courbes du faisceau.

Le coefficient d'affinité est alors égal au rapport $\frac{v_2}{v_1}$ des vitesses aux températures T_2 et T_1 .

Nous avons fait par cette méthode cinq déterminations en faisant varier l'écroutissage (2 à 5 p. 100 d'allongement), et la pureté des aluminiums (10 et 30 p. p. m. d'impuretés). Dans ces expériences T_1 était compris entre 10°C et 20°C et la différence $T_2 - T_1$ entre 20°C et 50°C. Les températures T_1 et T_2 étaient maintenues constantes à $\pm 0^{\circ}2$ près en plongeant l'échantillon et son support dans des vases Dewar contenant de l'eau à des températures appropriées.

L'équation de la cinétique de l'élimination donne alors :

$$U_{0.1} = \frac{k}{0,434} \cdot \frac{T_1 T_2}{T_2 - T_1} \cdot \log_{10} \frac{v_2 T_2}{v_1 T_1}.$$

Nous avons obtenu :

$$U_{DL} = 0,58 \pm 0,05 \text{ eV.}$$

On peut négliger l'erreur sur les températures T_1 et T_2 devant celle sur $\frac{\nu_2}{\nu_1}$. Nous avons :

$$\frac{dU_{DL}}{U_{DL}} \simeq 0,434 \frac{d\left(\frac{\nu_2}{\nu_1}\right)}{\frac{\nu_2}{\nu_1} \log_{10} \frac{\nu_2}{\nu_1}}.$$

Le rapport $\frac{\nu_2}{\nu_1}$ qui, suivant les expériences était compris entre 4 et 30, est déterminé à 10 p. 100 près environ, ce qui explique l'incertitude sur la valeur de U_{DL} .

Nous remarquerons que le fait de trouver pendant toute une élimination le même coefficient d'affinité montre à peu près certainement que le phénomène étudié est unique.

Dans le cas contraire, l'interprétation théorique que nous avons donnée de la cinétique de l'élimination des lacunes aurait été sûrement fausse.

Nous terminerons en signalant dès maintenant que nous avons fait quatre déterminations d'énergie d'activation sur des fils trempés à l'air, mais non déformés. Ces mesures sont moins précises que les précédentes car nous n'avons pu nous appuyer sur une équation cinétique pour déterminer le rapport des vitesses aux températures T_1 et T_2 .

Nous avons néanmoins obtenu une énergie d'activation comprise entre 0,52 et 0,61 eV, donc du même ordre de grandeur que précédemment.

Densité de dislocations dans l'aluminium 99,997 p. 100 écroui. — Nous pouvons maintenant évaluer la densité ρ_D de dislocations dans un fil d'aluminium par à 99,997 p. 100 écroui par allongement.

L'ordonnée à l'origine, h , des droites $\log_{10} \left(-\log_{10} \frac{c}{c_0} \right)$ en fonction de $\log_{10} t$ est liée à la densité de dislocations par la relation :

$$\log_{10} \rho_D = h - \log_{10} \log_{10} e - \log_{10} \pi - \frac{1}{2} \log_{10} \frac{D_L \mu b^5}{5kT}$$

avec :

$$D_L \simeq 10^{-10} \text{ cm}^2 (\text{sec})^{-1} \text{ à } 170^\circ \text{ C} \quad b = 2,86 \cdot 10^{-8} \text{ cm}$$

$$\mu = 2,7 \cdot 10^{11} \text{ dynes (cm)}^{-2} \quad \text{et} \quad k = 1,38 \cdot 10^{-16} \text{ erg (deg)}^{-1}.$$

Nous avons obtenu sensiblement une relation linéaire entre ρ_D et l'allongement ε (fig. 3-4).

$\rho_D = 16 \cdot 10^{10} \varepsilon$ pour un aluminium contenant 30 p. p. m. d'impuretés. La proportionnalité de ρ_D à ε semble confirmée par le fait que l'aug-

mentation de résistivité électrique due aux dislocations varie aussi linéairement avec ε (chap. IV).

La densité de dislocations donnée par cette formule est vraisemblable.

$\frac{A}{2} 10^{10} \rho_0$

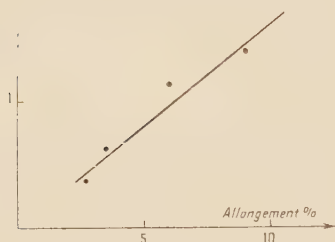


Fig. 3-4. — Densité des dislocations introduites par allongement (aluminium à 99,997 p. 100).

Élimination des lacunes après trempe à l'air sans déformation. —

Cinétique de l'élimination. — Nous sortions alors nos échantillons le plus rapidement possible du four à l'aide d'une pince, puis après trois secondes, durée suffisante pour que les fils soient à une température inférieure à 100° C, nous les plongeons dans l'azote liquide.

Nous avons essayé de représenter les courbes expérimentales d'élimination des lacunes dans ces conditions par une fonction :

$$c = c_0 \exp [-A(t)^m].$$

Nous voyons que cette représentation est satisfaisante sauf pendant environ les dix premières minutes de l'élimination, période pendant laquelle les points sont nettement en dessous de la droite extrapolée (fig. 3-2 III). Le coefficient m est alors compris entre 0,7 et 0,75 suivant les expériences. Nous remarquerons que même pour des valeurs très faibles de $\frac{c}{c_0}$ (quelques centièmes) les points sont encore bien alignés, ce qui ne se produisait pas après trempe et déformation.

Nous avons pensé que la concentration des lacunes suivait encore une loi :

$$c = c_0 \exp [-A(t)^{0,5}]$$

mais que pendant la trempe à l'air du fil une certaine proportion de lacunes avait pu s'éliminer. Selon cette hypothèse, on ne suit plus la concentration des lacunes depuis le début de l'élimination mais à partir d'un temps équivalent τ . τ est le temps qui donnerait à la température de l'expérience le même état d'élimination que celui que l'on a au début des mesures. Si t_1 est le temps compté à partir de τ on obtient en portant : $\tau + t_1 = t$ dans :

$$c = c_0 \exp [-A(t)^{0,5}]$$

la formule :

$$\frac{c}{c_\tau} = \frac{c_\tau}{c_0} \left[\left(1 + \frac{t_1}{\tau} \right)^{0,5} - 1 \right]$$

c_τ = concentration au temps τ

t_1 et $\frac{c}{c_\tau}$ sont alors les grandeurs que nous donne l'expérience.

En prenant les logarithmes, nous avons :

$$\log_{10} \left(-\log_{10} \frac{c}{c_\tau} \right) = \log_{10} \left(-\log_{10} \frac{c_\tau}{c_0} \right) + \log_{10} \left[\left(1 + \frac{t_1}{\tau} \right)^{0,5} - 1 \right].$$

Nous avons construit pour plusieurs valeurs de τ :

$$\log_{10} \left[\left(1 + \frac{t_1}{\tau} \right)^{0,5} - 1 \right]$$

en fonction de $\log_{10} t_1$ (fig. 3-5) qui doit être, si notre hypothèse est juste, parallèle aux courbes expérimentales.

On obtient très sensiblement, sauf pour des temps petits des droites dont la pente augmente avec τ .

Des temps équivalents τ , compris entre 10^3 et $3 \cdot 10^3$ secondes permettent ainsi d'expliquer nos courbes expérimentales.

Ces valeurs en τ peuvent paraître élevées. Un calcul très grossier va nous montrer qu'elles sont pourtant raisonnables.

Si un phénomène demande pour se produire un temps dt_1 à la température T_1 il se réalisera à T_0 en un temps dt_0 :

$$dt_0 = dt_1 \exp \left(\frac{U}{kT_0} \right) \exp \left(-\frac{U}{kT_1} \right)$$

si U est l'énergie d'activation du processus.

Si nous supposons une loi de refroidissement linéaire depuis la température de trempe T_1 jusqu'à la température ordinaire T_0 on obtient pour une durée de trempe, d , un temps équivalent τ à T_0 .

$$\tau = d \cdot \frac{\exp \left(\frac{U}{kT_0} \right)}{T_1 - T_0} \int_{T_0}^{T_1} \exp \left(-\frac{U}{kT} \right) dT.$$

Nous avons intégré graphiquement cette expression pour :

$$U = U_{DL} = 0,58 \text{ eV.}$$

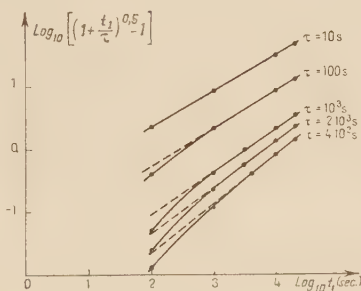


Fig. 3-5.

Pour des durées de trempe $d = 1$ sec, les temps τ , en fonction de la température T_1 de trempe, sont les suivants :

Température de trempe ($^{\circ}\text{C}$) .	300	400	450	500
τ (sec)	$6 \cdot 10^3$	$3,5 \cdot 10^4$	$7,5 \cdot 10^4$	$15 \cdot 10^4$

Ces valeurs de τ sont certainement trop fortes, car la loi de refroidissement n'est pas linéaire et l'énergie libre d'interaction lacune-dislocation diminue quand la température augmente : néanmoins, elles expliquent facilement des temps équivalents de $3 \cdot 10^3$ secondes.

Nous pensons donc, qu'après une trempe à l'air les lacunes s'éliminent suivant le même processus qu'après trempe à l'air et déformation plastique.

Nous remarquerons que le fait d'avoir trouvé à peu près la même énergie d'activation pour l'élimination des lacunes après une trempe à l'air suivie ou non de déformation plastique n'est pas une preuve de l'identité des mécanismes d'élimination dans ces deux cas.

En effet, cela suggère seulement que le phénomène élémentaire sensible à la température doit être dans les deux catégories d'expérience le saut atomique des lacunes, mais on ne peut préciser comment se fait l'élimination.

Nous pouvons aussi apprécier la proportion de lacunes qui se sont éliminées pendant la trempe à l'air. Après avoir choisi τ pour que les courbes :

$$\log_{10} \left(-\log_{10} \frac{c}{c_{\tau}} \right) \quad \text{et} \quad \log_{10} \left[\left(1 + \frac{t_1}{\tau} \right)^{0,5} - 1 \right]$$

en fonction de $\log_{10} t$ soient parallèles, la différence constante des ordonnées vaut en effet :

$$\log_{10} \left(-\log_{10} \frac{c}{c_{\tau}} \right) - \log_{10} \left[\left(1 + \frac{t_1}{\tau} \right)^{0,5} - 1 \right] = \log_{10} \left(-\log_{10} \frac{c_{\tau}}{c_0} \right).$$

Pour les courbes 3-1 III et 3-2 III, relatives à une expérience après une trempe à l'air depuis 500°C on obtient très approximativement $m = 0,74$ ce qui donne $\tau \simeq 2 \cdot 10^3$ sec et $\frac{c_{\tau}}{c_0} \simeq 0,4$. Après une trempe à l'air depuis 350°C , conditions dans lesquelles il est normal de conserver une proportion plus grande de lacunes nous avons trouvé $m = 0,70$ et $\tau \simeq 10^3$, ce qui donne :

$$\frac{c_{\tau}}{c_0} \simeq 0,7.$$

Nous voyons donc que nos trempes à l'air ne conservent environ que la moitié des lacunes en équilibre thermique à haute température.

Influence de la surface et des joints de grains de l'échantillon. — C'est lorsque l'élimination des lacunes est lente, comme c'est le cas après une trempe à l'air seule, que la surface et les joints de grains risquent, en absorbant des lacunes, de modifier le plus la cinétique du phénomène.

En supposant que seule la diffusion agisse, et en ne tenant pas compte de l'absorption des lacunes par les dislocations, les lacunes situées dans un feuillet d'épaisseur :

$$e \simeq \sqrt{Dt}$$

sont éliminées par la surface extérieure et les joints de grains au temps t .

Si $r = 0,02$ cm est le rayon du fil et $l \simeq 0,1$ cm est la longueur des grains (fig. 4-1) le volume dV dans lequel a lieu l'élimination est pour chaque grain :

$$dV = 2\pi r e(l + r)$$

ce qui représente une proportion :

$$\frac{dV}{V} = \frac{2\pi r e(l + r)}{\pi r^2 l} \simeq \frac{2e}{r}$$

du volume total.

Des temps longs $t = 10^4$ sec, donnent :

$$e \simeq 10^{-3} \text{ cm.}$$

Donc :

$$\frac{dV}{V} \simeq 0,1.$$

Dans ces conditions, 10 p. 100 des lacunes pourraient être éliminées par la surface et les joints de grains.

Cette valeur est certainement beaucoup trop élevée car elle ne tient pas compte de la présence des dislocations et suppose que la surface et les joints de grains absorbent parfaitement les lacunes. Nous pouvons donc raisonnablement supposer, même dans le cas de fils seulement trempés à l'air, que les dislocations absorbent toutes les lacunes.

Elimination des lacunes formées pendant l'érouissage. — L'étude de l'élimination, à la température ordinaire des lacunes formées pendant l'allongement plastique des fils recuits est délicate. Pour avoir une concentration importante de lacunes on est tenté d'augmenter le taux d'érouissage. Mais alors la densité élevée des dislocations introduites donne une vitesse d'élimination trop élevée pour des mesures précises.

La figure 3-6 montre l'évolution de $\frac{c}{c_0}$, en fonction du temps à 170°C , après un allongement de 4,5 p. 100 d'un fil d'aluminium de « zone fondue ».

Nous voyons qu'en représentation logarithmique les points expé-

rimentaux se placent correctement sur une droite de pente 0,5 au début de l'élimination, mais que pour $\frac{c}{c_0} < 0,25$ ils se situent nettement en dessous de la droite extrapolée.

Les écarts à la formule : $c = c_0 \exp [-A(t)^{0,5}]$ peuvent être interprétés par une restauration, pendant la durée d'une expérience, des dislocations introduites par l'écroutissage du fil ; la dernière mesure est faite 24 heures après le début de l'élimination.

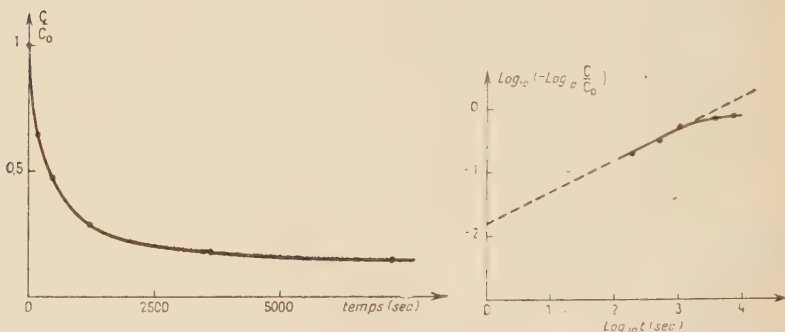


Fig. 3-6. — Élimination des lacunes créées par un allongement de 4,5 p. 100 (aluminium de zone fondue).

Cette restauration que nous étudierons au chapitre IV, donne en effet des valeurs apparentes de $\frac{c}{c_0}$ trop fortes surtout pour des temps longs, ce qui place les points expérimentaux en dessous, de la droite de pente 0,5. Ce phénomène est d'autant plus sensible, à déformation égale, que c_0 est petit : c'est ainsi qu'après allongement seul il est beaucoup plus net qu'après trempe à l'air et déformation.

On comprend aussi qu'après une trempe à l'air seule, nous ne l'ayons pas observé.

La formule $c = c_0 \exp [-A(t)^{0,5}]$ semble donc valable pendant toute la durée de l'élimination des lacunes.

Influence de la pureté sur la cinétique de l'élimination des lacunes.

Comme nous l'avons déjà vu l'imprécision des mesures augmente avec la concentration en impuretés. Nous avons fait deux catégories d'expériences sur des aluminiums contenant 10, 30, 80 et 200 p. p. m. d'impuretés. Les unes après trempe à l'air suivie d'une déformation plastique, les autres après une trempe à l'air seule.

Expériences après trempe à l'air et déformation plastique. — Dans ce cas en fonction de la pureté, nous avons toujours obtenu une loi d'élimination de la forme :

$$c = c_0 \exp [-A(t)^{0,5}].$$

La figure 3-7 est relative à l'aluminium le moins pur que nous ayons étudié (200 p. p. m.) allongé de 4,5 p. 100 après une trempe à l'air de 500° C.



Fig. 3-7. — Élimination des lacunes après une trempe à l'air et 4,5 p. 100 d'allongement (aluminium à 99,98 p. 100).

Le mécanisme de l'élimination ne paraît donc pas modifié par la présence d'impuretés. Mais ces dernières augmenteraient la densité de dislocations présente dans le métal après déformation. C'est ainsi que dans l'expérience précédente la densité de dislocations que l'on calcule est environ deux fois plus élevée, à déformation égale, pour cet aluminium contenant 200 p. p. m. d'impureté que pour un aluminium qui n'en contient que 30 p. p. m.

Nous préciserons ce résultat au chapitre IV.

Expériences après trempe à l'air. — Nous avons, dans chaque expérience, trempé simultanément de 550° deux fils de puretés différentes pour les étudier dans des conditions aussi identiques que possible. Nous avons pu ainsi par recoupement garder un groupe d'expériences comparables (49). Nous n'avons pas utilisé la représentation logarithmique pour ces résultats car elle est très sensible au temps de refroidissement.

Nous avons préféré porter $-\frac{d\Delta\rho}{\Delta\rho dt}$ en fonction de $\Delta\rho$; ces grandeurs ne font pas, en effet, intervenir le temps t mais dt .

L'équation :

$$\Delta\rho = \Delta\rho_0 \exp[-A(t)^{0,5}]$$

donne :

$$\frac{d\Delta\rho}{\Delta\rho dt} = \frac{1}{2} \frac{A^2}{\log \frac{\Delta\rho}{\Delta\rho_0}}.$$

La figure 3-8 montre que pour $0,05 < \frac{\Delta\rho}{\Delta\rho_0} < 0,5$ ce qui est le cas après une trempe à l'air, la variation de $-\frac{d\Delta\rho}{\Delta\rho dt}$ en fonction de $\Delta\rho$ est à peu près linéaire.

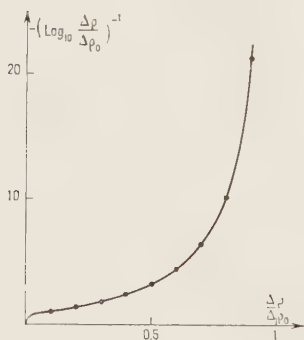


Fig. 3-8.

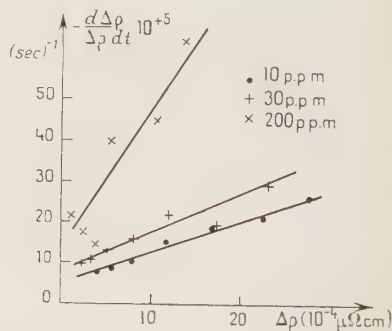


Fig. 3-9. — Influence des impuretés sur la vitesse relative d'élimination des lacunes après une trempe à l'air.

La figure 3-9 montre les résultats que nous avons obtenus. Nous voyons que la vitesse relative d'élimination de lacunes augmente avec la concentration en impuretés. Ceci peut s'interpréter comme au paragraphe précédent par une augmentation de la densité des dislocations quand la pureté du métal diminue. En effet le coefficient A est proportionnel à la densité ρ_D de dislocations.

La figure 3-9 indique alors que ρ_D est environ deux fois plus grand pour un aluminium contenant 200 p. p. m. d'impuretés que dans un métal préparé par zone fondue (10 p. p. m.).

Cette différence de densité de dislocations peut avoir deux origines. Après un recuit à la même température un aluminium impur peut contenir plus de dislocations qu'un métal pur. Il est aussi possible qu'au début de la trempe le fil soit très légèrement déformé. Nous verrons au chapitre IV qu'une même déformation introduit d'autant plus de dislocations que le métal est impur.

Conclusion. — Nous avons vérifié sur l'aluminium pur que les lacunes en sursaturation à la température ordinaire sont surtout éliminées par les dislocations ; la vitesse de restauration augmente avec

la densité de dislocations. Pour étudier la cinétique de cette élimination nous avons d'abord trempé nos échantillons à l'air : dans ces conditions l'excès de résistivité électrique dû aux lacunes s'élimine complètement avec le temps et les déformations de trempe sont très faibles ; puis nous les avons déformés légèrement ce qui nous a permis de connaître avec précision le moment où commence l'élimination des lacunes par les dislocations introduites.

Nous avons pu expliquer nos courbes expérimentales en supposant que les lacunes sont attirées par les dislocations selon un mécanisme qui dérive de celui proposé par Cottrell et Bilby pour le mouvement vers les dislocations des atomes de carbone dans le fer α .

D'après cette hypothèse nous avons déterminé l'énergie de diffusion des lacunes dans l'aluminium pur à 99,997 p. 100 :

$$U_{DL} = 0,58 \pm 0,05 \text{ eV}$$

ainsi que la densité de dislocations introduites par déformation plastique :

$$\rho_D = 16 \cdot 10^{10} \text{ cm}^{-2}.$$

Après une trempe à l'air, sans écrouissage consécutif, la densité de dislocations est faible. La loi cinétique de l'élimination des lacunes garde la même forme que pour des échantillons déformés si on tient compte qu'une partie des lacunes s'est éliminée pendant le refroidissement.

Nous avons, d'autre part, étudié l'influence des impuretés pour des concentrations variant de 10 à 200 p. p. m. Dans des expériences après trempe à l'air, suivies ou non de déformation plastique, les impuretés augmentent la vitesse mais ne modifient pas le processus de l'élimination. Ce résultat peut s'expliquer si la présence d'impuretés augmente la densité de dislocations.

Nous pensons donc avoir montré que le mécanisme d'élimination des lacunes reste le même dans les diverses conditions où nous nous sommes placé.

CHAPITRE IV

Etudes des dislocations et des lacunes créées par déformation plastique. Influence des impuretés.

Des travaux déjà anciens (19) (32) (34) (38), sur l'or, le cuivre et l'argent avaient montré que l'écrouissage produit des défauts ponctuels et des dislocations.

Nos résultats sur l'aluminium confirment cette idée.

Au chapitre précédent nous avons vu que la densité de dislocations d'un aluminium paraît dépendre de sa pureté. Nous avons donc étudié, en fonction de la pureté, l'influence de la déformation plastique sur la résistivité électrique de l'aluminium.

Influence de la pureté sur la densité de dislocations et la concentration de lacunes créées par allongement plastique à la température ordinaire. Mode opératoire. — Les expériences ont été faites sur



Fig. 4-1. — Macrographies de fils d'aluminium.

- I : Aluminium de zone fondue (10 p. p. m.), recuit à 600° C.
- II : Aluminium à 99,997 p. 100, recuit à 600° C.
- III : Aluminium à 99,98 p. 100, recuit à 600° C.
- IV : Aluminium de zone fondue, recristallisé à la température ordinaire.

des fils de différentes puretés (10, 30, 80, 200 p. p. m.) recuits pendant 48 heures à 600° C et refroidis lentement.

Les figures 4-1 I, II et III montrent des macrographies de ces fils recuits. Les petits cristaux ont en général une direction [001] voisine de l'axe du fil comme l'indique le diagramme de rayons X de la figure 4-2 III. Ce cliché a été réalisé avec de l'aluminium à 99,997 p. 100 recuit à 200° C pour ne pas avoir des grains trop gros. Après des recuits à des températures plus élevées nous avons vérifié l'orientation des cristaux par l'aspect des figures d'attaque.

Nous avons déformé les fils par traction. Les fils pouvaient être allongés jusqu'à 12 p. 100 environ sans rupture. L'échantillon était

plongé dans l'azote liquide quelques dixièmes de seconde après la fin de la déformation.

Nous avons mesuré l'allongement relatif par deux procédés.

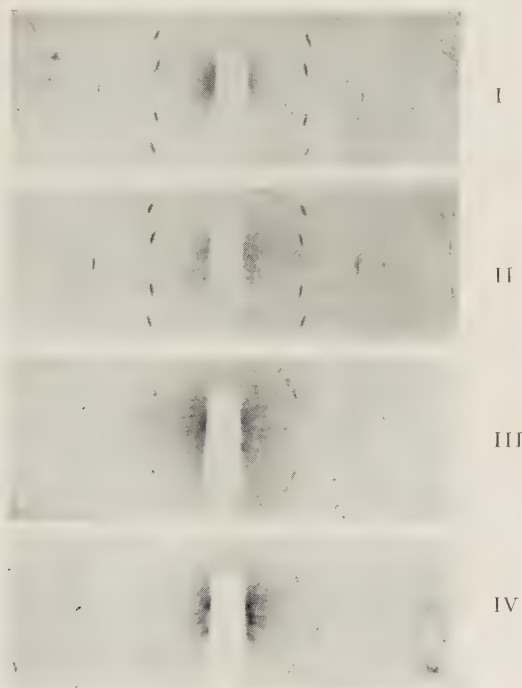


Fig. 4-2. — Diagrammes de rayons X de fils d'aluminium.
Rayonnement du Cu filtré au Ni.

- I : Fil tréfilé, dissous de 0,4 mm à 0,2 mm de diamètre par polissage électrolytique (al. 99,997 p. 100).
- II : Fil tréfilé, partiellement recristallisé (al. 99,997 p. 100, 3 mois à 20° C après le tréfilage).
- III : Fil recristallisé à 200° C (al. 99,997 p. 100).
- IV : Aluminium de zone fondue recuit 3 heures à la température ordinaire après le tréfilage.

Tous nos fils, avant écrouissage mesuraient $190 \pm 0,1$ mm. L'augmentation de longueur après l'allongement, mesuré à $\pm 0,2$ mm près nous donnait une première valeur de ε .

La deuxième valeur était fournie par la variation de la résistance

électrique R_{N_2} du fil à la température de l'azote liquide, avant et après écrouissage. Avant la déformation :

$$R_{N_2} = \rho_{N_2} \frac{l}{s}$$

l = longueur mesurée du fil

s = section du fil.

Après la déformation, en négligeant l'augmentation relative de ρ_{N_2} ($4 \cdot 10^{-3}$ pour 10 p. 100 d'allongement), nous avons, la longueur mesurée l étant la même :

$$\frac{\Delta R}{R} = - \frac{\Delta s}{s}$$

Si Δl est l'allongement de la partie mesurée, la conservation du volume donne :

$$ls = (l + \Delta l) \cdot (s + \Delta s).$$

Au deuxième ordre près, nous avons :

$$-\frac{\Delta s}{s} = \frac{\Delta l}{l}$$

et par suite :

$$\frac{\Delta l}{l} = \frac{\Delta R}{R}.$$

Les deux méthodes nous ont donné des écarts de l'ordre de 0,3 p. 100 pour les valeurs de chaque allongement. Nous avons pris la moyenne des deux résultats.

L'augmentation de résistivité électrique, mesurée immédiatement après la déformation est due à la présence de lacunes et de dislocations. Nous avons cherché à séparer l'influence de ces deux catégories de défauts. Les lacunes s'éliminent en quelques heures à 20° C mais la résistivité due aux dislocations se restaure d'une manière non négligeable en 24 heures. Nous avons supposé d'une manière un peu arbitraire, qu'après 4 heures à 20° C l'excès de résistivité rémanent provient des dislocations et que la diminution de résistivité pendant les 4 premières heures qui suivent la déformation est due à l'élimination des lacunes.

Résultats. — La figure 4-3 montre que pour des fils de même pureté la résistivité électrique due aux dislocations augmente linéairement avec la déformation.

Nous voyons aussi que, pour le même allongement, l'augmentation de résistivité croît avec la concentration en impuretés. Pour des aluminiums contenant de 10 à 80 p. p. m. d'impuretés la variation est faible mais semble quand même supérieure aux erreurs de mesure. Pour l'aluminium le moins pur (200 p. p. m.) cette variation est nette : l'augmentation de résistivité est alors deux fois supérieure à celle d'un aluminium préparé par zone fondue (10 p. p. m.).

Ces résultats sont en accord avec ceux obtenus au chapitre précédent si nous supposons que la densité de dislocations est proportionnelle à l'augmentation de résistivité électrique.

Nous avons voulu voir si la diminution de la taille des grains avec la concentration en impuretés (fig. 4-1 I, II et III) ne pouvait pas expliquer nos résultats par une limitation de l'expansion des boucles de dislocations. Dans ce but, nous avons fait une série d'expériences sur des fils d'aluminium de zone fondue recristallisé à petits grains à la température ordinaire (fig. 4-1 IV). Ces fils sont bien recristallisés 3 heures après leur préparation à 20°C (fig. 4-2 IV); leur résistivité électrique, mesurée 1 mois plus tard n'est que légèrement supérieure à celle du même aluminium recuit à 600°C ($2 \cdot 10^{-4} \mu\Omega \text{ cm}$).

La densité de dislocations de ces fils n'est pas nettement plus élevée, à déformation égale, que pour des fils de même pureté recuits à 600°C (fig. 4-3). Ceci rejoint le résultat de Blewitt (6) sur le cuivre qui montre que, sauf pendant les tout premiers stades de la déformation, les lignes de glissement ont une longueur d'environ 10^{-3} cm ; leur taille est bien inférieure à celle des grains de nos fils.

Nous avons pensé que les impuretés peuvent limiter la dimension des boucles de dislocations. Soit ρ_D la densité de dislocations après un allongement ε ; si N_s est la concentration des sources de Frank-Read et n le nombre de boucles de dislocations (supposées circulaires) de diamètres L émises par chaque source, on peut écrire :

$$\rho_D = \pi N_s n L \quad \text{et} \quad \varepsilon = \frac{\pi}{4} N_s n L^2 b$$

(b = vecteur de Burgers).

D'où :

$$\varepsilon = \frac{\rho_D}{4} b L.$$

Nous voyons alors, que pour une même déformation ε la densité de dislocations ρ_D augmente quand L diminue.

Les boucles de dislocations seraient alors deux fois plus courtes pour un aluminium contenant 200 p. p. m. d'impuretés que pour un aluminium préparé par zone fondue (10 p. p. m.).

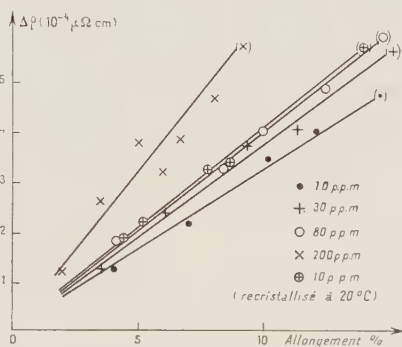


Fig. 4-3. — Influence de la pureté sur la résistivité électrique des dislocations introduites par allongement.

D'autre part, nos résultats permettent d'atteindre l'influence de la densité de dislocations sur la résistivité électrique.

Nous avons vu au chapitre III que pour un aluminium pur à 99.997 p. 100 :

$$\rho_D \simeq 16 \cdot 10^{10} \varepsilon.$$

La courbe de la figure 4-3 donne alors avec :

$$\Delta\rho(\mu\Omega \text{ cm}) = 3,7 \cdot 10^{-3} \varepsilon$$

$$\Delta\rho(\mu\Omega \text{ cm}) \simeq 2,3 \cdot 10^{-14} \rho_D.$$

La figure 4-4 indique l'effet de l'allongement sur l'excès de résistivité dû aux lacunes : celui-ci varie linéairement avec la déformation mais ne paraît pas dépendre, à la précision de nos mesures, de la pureté du métal. Nous noterons que dans le cas de l'aluminium recristallisé à la température ordinaire (10 p. p. m.) l'allongement produit plus de lacunes qu'après un recuit à 600° C.

Pour les aluminiums recuits à 600° C, en fonction de la déformation, l'influence des lacunes sur la résistivité est de l'ordre de :

$$\Delta\rho \mu\Omega \text{ cm} \sim 4 \cdot 10^{-3} \varepsilon.$$

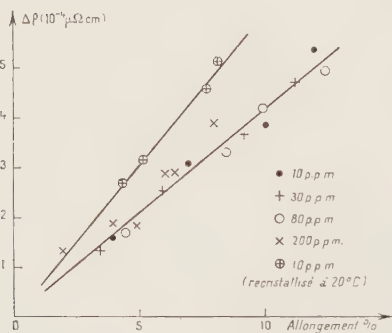


Fig. 4-4. — Influence de la pureté sur la résistivité électrique des lacunes introduites par allongement.

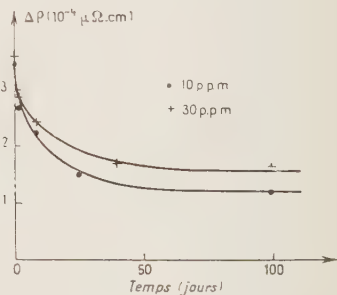


Fig. 4-5. — Restauration à la température ordinaire de la résistivité électrique due aux dislocations.

Restauration des dislocations après déformation à la température ordinaire. — Après l'évolution rapide de l'excès de résistivité dû aux lacunes formées pendant l'écroutissage, on observe une diminution beaucoup plus lente de la résistivité qui s'accompagne d'une restauration des propriétés mécaniques des fils. La figure 4-5 montre, en fonction du temps, cette variation de la résistivité (mesurée à partir de la résistivité de l'état recuit) pour des fils contenant 10 et 30 p. p. m. d'impuretés ; ces fils ont été allongés d'environ 10 p. 100. Cette évolu-

tion n'est pas due à la recristallisation de l'aluminium qui est moins complète et beaucoup plus lente à 20° C, même pour un fil à 99,997 p. 100 fortement écroui par laminage et tréfilage de la quantité suivante :

$$\left(\frac{\text{longueur finale}}{\text{longueur initiale}} \simeq 10 \right) \text{ (fig. 4-2 II).}$$

Nous pensons qu'elle provient d'une élimination partielle des dislocations ou d'un réarrangement de celles-ci, ce qui peut conduire à une diminution de la résistivité électrique.

D'après les résultats obtenus après 100 jours, cette restauration ne semble pas devoir être totale à la température ordinaire.

Même sur l'aluminium contenant 200 p. p. m. d'impuretés nous avons noté une évolution sensible après des temps très longs. Le tableau suivant indique, en fonction de la pureté, la proportion de la résistivité électrique restaurée après 3 mois à la température ordinaire.

10 p. p. m.	30 p. p. m.	200 p. p. m.
0,67	0,55	$\simeq 0,3$

Allongement plastique à la température de l'azote liquide.

Nous avons fait deux expériences de déformation à la température de l'azote liquide sur de l'aluminium pur à 99,997 p. 100 (fig. 4-6).

Nous n'avons pas remarqué, après déformation, d'évolution de la résistivité électrique en maintenant 2 heures l'échantillon à la température de l'azote liquide. Les interstitiels se restaurent à des températures inférieures ; la déformation plastique n'a donc pu en introduire qu'une faible concentration sans action mesurable sur la résistivité électrique.

A déformation égale, l'écrouissage produit alors environ 1,7 fois plus de dislocations et 2,9 fois plus de lacunes que s'il était effectué à la température ordinaire.

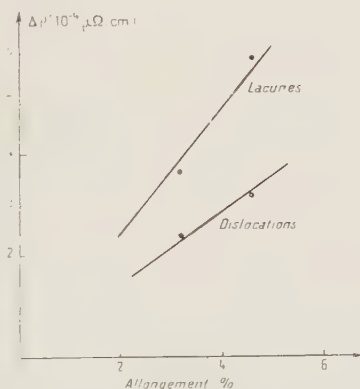


Fig. 4-6. — Influence d'un allongement à 78° K sur la résistivité électrique due aux lacunes et aux dislocations.

Conclusion. - Par déformation plastique à la température ordinaire on crée dans le réseau cristallin des lacunes et des dislocations.

Pour un aluminium pur à 99,997 p. 100, l'augmentation de résistivité électrique due aux lacunes, est proportionnelle à l'allongement :

$$\Delta\rho \text{ } \mu\Omega \text{ cm} = 4 \cdot 10^{-3} \varepsilon.$$

Dans les mêmes conditions, l'augmentation de résistivité électrique due aux dislocations est :

$$\Delta\rho \text{ } \mu\Omega \text{ cm} = 3,7 \cdot 10^{-3} \varepsilon.$$

Ce dernier résultat rapproché de celui reliant la densité de dislocations à l'allongement donne l'influence des dislocations sur la résistivité électrique :

$$\Delta\rho \text{ } \mu\Omega \text{ cm} = 2,3 \cdot 10^{-14} \rho_D.$$

Pour un même allongement les impuretés augmentent la densité de dislocations créées, mais ne modifient pas sensiblement la concentration des lacunes. Ainsi, la densité des dislocations introduites est environ deux fois plus élevée pour un aluminium contenant 200 p. p. m. d'impuretés que pour un aluminium préparé par zone fondue (10 p. p. m.). On peut interpréter ce résultat en supposant que les impuretés limitent les dimensions des boucles de dislocations formées par écrouissage.

Enfin un allongement à la température de l'azote liquide produit 1,7 fois plus de dislocations et 2,9 fois plus de lacunes que s'il est effectué à la température ordinaire.

CHAPITRE V

Influence de la vitesse de trempe sur l'élimination des lacunes par les dislocations.

Etude des déformations de trempe.

La restauration, à la température ordinaire, de la résistivité électrique d'un fil d'aluminium trempé à l'air est pratiquement complète après un temps suffisant. Les lacunes doivent alors s'éliminer complètement. Il n'en est plus de même si la vitesse de refroidissement augmente. Ainsi, après une trempe à l'eau un large excès de résistivité persiste ; les déformations de trempe ne peuvent expliquer ceci. Nous supposons donc qu'en s'éliminant les lacunes pourraient former d'autres défauts. L'étude de ces phénomènes fait l'objet de ce chapitre.

Influence de la vitesse de refroidissement sur l'évolution de la résistivité électrique après trempe. — Dans l'étude de l'élimination des lacunes après une trempe à l'air seule, quelques expériences pour lesquelles le refroidissement était particulièrement rapide nous ont montré que la résistivité électrique ne se restaurait pas complètement même après un temps très long.

Le faible excès de résistivité ainsi obtenu, de l'ordre de $2 \cdot 10^{-4} \mu\Omega \text{ cm}$, ne nous a pas paru explicable par des déformations plastiques de trempe ; nous pouvions en effet évaluer ces dernières par la vitesse d'élimination des lacunes. Nous avons été amené à étudier l'influence de trempes à l'eau ; les trempes étaient réalisées par chute du fil, placé sur un support, dans un bain d'eau et de glace. L'aluminium étudié contenait 30 p. p. m. d'impuretés.

La figure 5-1 permet de comparer l'évolution de l'excès de résistivité électrique après une trempe à l'air, après une trempe rapide à l'air et après trempe à l'eau. La température de trempe était de 580°C .

Nous remarquerons trois faits principaux :

- 1) L'excès initial de résistivité augmente avec la vitesse de trempe : une partie des lacunes doit s'éliminer pendant le refroidissement.
- 2) La vitesse d'élimination augmente avec la vitesse de trempe, ce qui indique que la densité de dislocations doit augmenter avec la rapidité de la trempe.
- 3) Plus la trempe est rapide, plus grand est l'excès de résistivité mesuré après un temps très long.

Dans le cas d'une trempe à l'eau, cet excès d'environ $22 \cdot 10^{-4} \mu\Omega \text{ cm}$ représente à peu près la moitié de l'excès de résistivité mesuré après la trempe. Dans ces expériences le fil restait environ 10 secondes à 0°C avant la première mesure ; le début de l'élimination est ainsi mal connu.

La vitesse d'élimination des lacunes après une trempe à l'eau indique alors très grossièrement que la densité de dislocations présentes dans le métal est comparable à celle introduite par 10 p. 100 d'allongement.

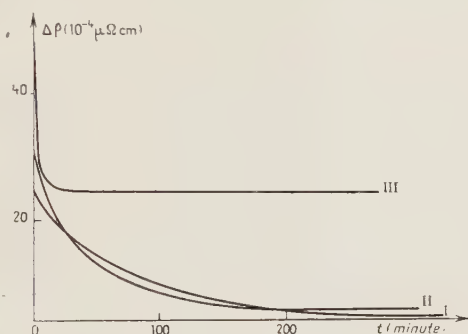


Fig. 5-1. — Influence de la vitesse de trempe sur l'élimination des lacunes.

- I : Trempe à l'air depuis 580°C .
 II : Trempe rapide à l'air depuis 580°C .
 III : Trempe à l'eau depuis 580°C .

Cette densité de dislocations n'augmenterait la résistivité électrique que de $3,7 \cdot 10^{-4} \mu\Omega \text{ cm}$, ce qui ne peut pas expliquer l'excès de résistivité de $22 \cdot 10^{-4} \mu\Omega \text{ cm}$ observé.

Par extrapolation de la relation obtenue pour des allongements une déformation de 60 p. 100 serait nécessaire pour avoir une augmentation de résistivité de $22 \cdot 10^{-4} \mu\Omega \text{ cm}$. L'excès de résistivité observé ne peut donc pas être vraisemblablement attribué uniquement à des déformations produites par la trempe à l'eau.

Etude par rayons X des déformations de trempe. Nous avons trempé à l'eau, depuis 600°C , des plaquettes monocristallines d'aluminium pur à 99,999 p. 100. La section de ces éprouvettes était de

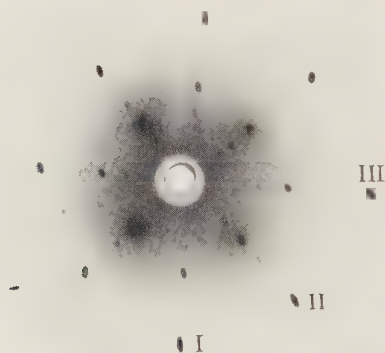


Fig. 5-2. — Diagramme de Laue en retour d'un monocristal d'aluminium trempé à l'eau depuis 600°C .



Fig. 5-3. — Agrandissement de trois taches du diagramme de la figure 5-2.

$4 \text{ mm} \times 1 \text{ mm}$, leur longueur de 50 mm. Ces monocristaux ont été obtenus par solidification dans un four ayant un gradient de température.

Après la trempe, on observe assez souvent une striation des taches de diffraction sur les diagrammes de Laue en retour (fig. 5-2).

Dans cette expérience le collimateur avait 1 mm de diamètre ; le plan de la plaquette avait une orientation très voisine de (100), une direction $[001]$ était proche de la verticale.

Nous avons agrandi trois taches de diffraction de ce diagramme (fig. 5-3). L'aspect de la striation est commun aux trois taches. La direction des stries des deux taches I et III (fig. 5-3) est voisine de $[001]$; ce résultat peut s'interpréter si l'on suppose que les stries proviennent de domaines de réflexion allongés suivant la direction $[001]$.

L'inclinaison des stries de la deuxième tache par rapport à $[001]$ s'explique géométriquement par l'orientation du faisceau de rayons X diffracté par rapport à la direction des stries.

Nous avons pensé pouvoir rapprocher la direction des stries des traces, sur la surface de l'éprouvette, des plans de glissement à haute température de l'aluminium. Ces plans à des températures supérieures à 450°C ont en effet pour indice (100) ainsi que l'ont montré micrographiquement Beaujard et Lacombe (4).

Les micrographies, sans que nous puissions être affirmatifs, semblent vérifier cette hypothèse.

Nous avons essayé pour confirmer cette idée, d'obtenir des effets analogues sur des plaquettes polycristallines d'aluminium courbées à température ordinaire sur un cylindre de 20 cm de rayon. On sait que dans ces conditions les plans de glissement sont parallèles à (111).

Nous avons repéré sur une plaquette un petit cristal de quelques millimètres de dimensions sur lequel les lignes de glissement étaient particulièrement espacées (0,1 mm) et ne correspondaient micrographiquement qu'à un seul système de glissement (fig. 5-4). Le diagramme de Laue en retour de ce cristal

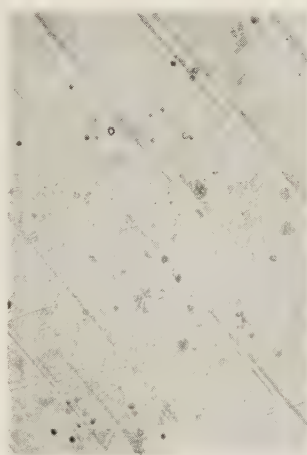


Fig. 5-4. — Aspect des lignes de glissement $G = 100$.

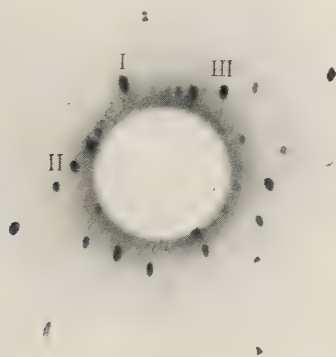


Fig. 5-5. — Diagramme de Laue en retour du cristal étudié.

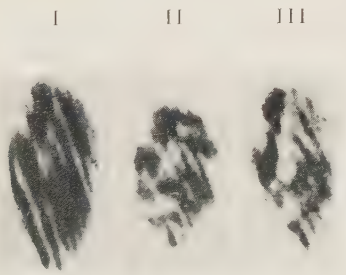


Fig. 5-6. — Agrandissement de trois taches du diagramme de la figure 5-5.

(fig. 5-5) nous a montré une fine striation des taches de diffraction (fig. 5-6). Le diamètre du collimateur était de 1 mm.

Nous voyons que la direction des stries des taches de diffractions correspond à l'orientation des lignes de glissement qui sont l'intersection des plans (111) avec la surface de l'échantillon. De plus, le nombre de stries des taches (10 environ) correspond au nombre de bandes de glissement observées dans la région irradiée par les rayons X.

L'aspect des taches de Laüé permet donc de mettre en évidence une sous-structure qui existe après de faibles déformations plastiques. Cette sous-structure est reliée directement à la nature du glissement qui, dans nos conditions opératoires se produit principalement dans des plans de glissement déterminés. Ces plans parallèles entre eux délimitent des plaquettes qui donneraient chacune une petite strie dans la tache de diffraction (47).

Le contraste qui permet de séparer l'effet de chaque plaquette serait dû à la variation de pouvoir réflecteur entre l'intérieur des plaquettes et les régions déformées au voisinage des plans de glissement. Cette explication du contraste a été proposée par Merlini et Guinier dans leur étude de la réflexion des rayons X par des cristaux contenant des imperfections (33).

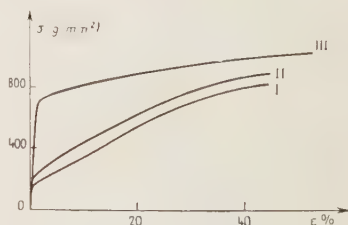
Une trempe à l'eau semble donc introduire des déformations par glissement. Berghezan (5) avait d'ailleurs déjà observé des lignes de glissement sur des plaquettes polycristallines d'aluminium-zinc à 12 p. 100 de zinc, trempées à l'eau.

Influence de la vitesse de trempe sur les propriétés mécaniques.

— Maddin et Cottrell (31) ont montré qu'une trempe à l'eau augmente considérablement la limite élastique des monocristaux d'aluminium.

Fig. 5-7. — Courbes de traction de fils monocristallins d'aluminium.

- I : Après un refroidissement lent.
- II : Après une trempe à l'air.
- III : Après une trempe à l'eau.



Nous avons repris ces expériences sur des fils monocristallins d'aluminiums très purs (10 p. p. m. d'impuretés) ; ces fils avaient le même diamètre que ceux utilisés pour nos mesures de résistivités ; nous les avons préparés par fusion et refroidissement lent dans un four présentant un gradient de température.

La figure 5-7 montre l'influence de la vitesse de refroidissement sur les courbes de traction ; ces courbes ont été faites 24 heures après la

trempe, c'est-à-dire après un temps suffisant pour que la résistivité n'évolue plus.

Ces expériences étant assez délicates du fait de la fragilité du fil, nous avons contrôlé nos résultats avec d'autres courbes de traction faites sur des plaquettes monocristallines de sections plus grandes.

Après une trempe à l'eau la limite élastique est environ six ou sept fois supérieure à celle de l'échantillon refroidi lentement : après une trempe à l'air il semble que l'on ait une légère augmentation de limite élastique. Pour les trois courbes l'allongement à la rupture est à peu près le même.

Interprétation des résultats. - Deux hypothèses essayent d'expliquer l'influence de la vitesse de refroidissement sur les propriétés mécaniques.

Dans celle de Li, Washburn et Parker (29), reprise par Maddin et

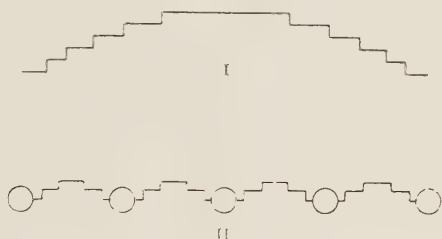


Fig. 5-8.

I : Élimination des lacunes par diffusion des dislocations.

II : Élimination des lacunes par formation de cavités.

Cottrell, les dislocations absorberaient les lacunes en formant des crans qui gêneraient ensuite le mouvement des dislocations.

Dans la deuxième hypothèse, Friedel (16) suppose que les lacunes peuvent former en se rassemblant le long des dislocations de petites cavités qui bloqueraient énergiquement celles-ci.

La figure 5-8 montre schématiquement la différence entre les deux mécanismes proposés.

Il semble assez difficile à partir de l'hypothèse de Maddin et Cottrell d'expliquer le grand excès permanent de résistivité que nous avons observé après une trempe à l'eau. En effet, les crans doivent avoir sur la résistivité une action assez faible du même ordre que celle de la longueur correspondante de dislocation. La présence de cavités peut augmenter au contraire fortement la résistivité électrique. Un calcul de Dexter (18) montre que des cavités de 100 lacunes doivent présenter une résistivité de $0,69 \mu\Omega \text{ cm (lacune p. } 100)^{-1}$; des cavités de 1 000 lacunes auraient encore une résistivité de $0,3 \mu\Omega \text{ cm (lacunes p. } 100)^{-1}$.

Après des trempes à l'air la résistivité électrique peut se restaurer complètement ; l'élimination des lacunes se ferait alors principalement par formation de crans.

On peut interpréter la différence des mécanismes d'absorption après trempe à l'eau et trempe à l'air de la manière suivante :

La concentration des lacunes, au voisinage immédiat des dislocations est plus élevée, à la température ordinaire, après une trempe à l'eau qui conserve une grande proportion de lacunes, qu'après une trempe à l'air.

Après une trempe à l'eau les crans des dislocations ne pourraient pas absorber suffisamment vite les lacunes qui arrivent aux dislocations et celles-ci formeraient des cavités dans les premiers instants de l'élimination.

Ces petites cavités une fois formées, en fixant les dislocations, empêcheraient celles-ci d'absorber un grand nombre de lacunes par diffusion : les lacunes continueraient alors à précipiter en amas.

Examinons maintenant le cas de la trempe à l'air : pendant le refroidissement une grande partie de lacunes s'éliminerait par déplacement des crans qui seraient assez mobiles et nombreux aux températures élevées. A la température ordinaire, la concentration en lacunes serait alors assez faible pour que les crans puissent les absorber. Dans ce cas le déplacement des dislocations par diffusion est important (50).

Influence d'une déformation plastique sur l'excès permanent de résistivité observé après une trempe à l'eau. Nous avons d'abord suivi la variation de résistivité électrique à 20° C d'un fil d'aluminium

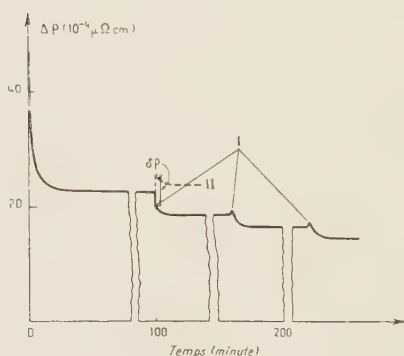


Fig. 5-9. — Influence d'allongements plastiques successifs de 3 p. 100 sur l'excès rémanent de résistivité électrique après une trempe à l'eau.

I : Résistivité électrique mesurée immédiatement après la déformation.

II : Courbe montrant l'évolution de la résistivité électrique après un allongement de 3 p. 100 d'un fil recuit et refroidi lentement.

trempe à l'eau depuis 580° C. Puis après un temps suffisant (16 heures) pour que la résistivité n'évolue plus nous avons étiré le fil d'environ 3 p. 100 (fig. 5-9). Après la déformation nous avons observé une diminution immédiate de résistivité suivie d'une évolution plus lente. Ce résultat est assez inattendu puisqu'une déformation plastique introduit

des lacunes et des dislocations. La diminution lente de résistivité correspond bien à celle que l'on peut attendre pour l'élimination des lacunes formées pendant l'allongement. Nous supposons donc que les dislocations dans leur mouvement ont éliminé des défauts ce qui a amené une diminution $\delta\rho$ de résistivité (fig. 5-9).

Nous avons pu allonger encore deux fois de 3 p. 100 l'échantillon avant sa rupture. Pour ces nouvelles déformations nous n'avons plus obtenu une diminution immédiate de résistivité mais une légère augmentation. Après l'élimination des lacunes la résistivité de l'échantillon était néanmoins diminuée.

Cette expérience peut s'interpréter si on admet que les dislocations dans leur mouvement peuvent résorber une partie des cavités formées par la précipitation des lacunes (50).

Conclusion. — Après une trempe à l'air l'élimination des lacunes par les dislocations se ferait surtout par déplacement des crans. Après une trempe à l'eau, la concentration des lacunes au voisinage des dislocations étant initialement plus grande, à la température ordinaire, qu'après une trempe à l'air, les lacunes précipiteraient en petites cavités. Ces cavités en bloquant les dislocations augmenteraient la limite élastique. Elles pourraient être résorbées par des dislocations en mouvement.

CONCLUSIONS

Nous avons étudié sur l'aluminium l'élimination des lacunes en sur-saturation à la température ordinaire.

Pour obtenir des lacunes, nous avons utilisé deux procédés : la trempe, qui conserve une partie des lacunes en équilibre thermique aux températures élevées, et la déformation plastique, qui crée à la fois des lacunes et des dislocations.

Notre principal moyen d'étude a été la mesure de la résistivité électrique à la température de l'hydrogène liquide. A cette température, la résistivité électrique due aux imperfections physiques et aux impuretés est grande vis-à-vis de celle due à l'agitation thermique. La très faible concentration d'impuretés des aluminiums préparés par la méthode de la zone fondue au Laboratoire de Vitry, fait alors ressortir avec une grande netteté l'influence des défauts physiques sur la résistivité électrique. C'est ainsi que par cette méthode nous pouvons apprécier une variation de concentration d'une lacune par million d'atomes.

Nous avons montré qu'après une trempe à l'air, l'excès de résistivité électrique due aux lacunes s'élimine complètement en quelques heures

à la température ordinaire. Une déformation plastique augmente la vitesse de restauration de la résistivité. Les dislocations peuvent donc éliminer les lacunes.

Pour préciser ce résultat, nous avons étudié la cinétique de l'élimination des lacunes après trempe à l'air suivie d'une légère déformation plastique à la température ordinaire. L'élimination des lacunes par les dislocations ainsi créées commence alors à la fin de déformation plastique, ce qui nous permet de connaître avec précision le début du phénomène.

Nous avons pu interpréter nos résultats expérimentaux en supposant que les dislocations attirent les lacunes par interaction élastique suivant un mécanisme comparable à celui développé par Cottrell et Bilby pour les atomes de carbone dans le fer α . Cette hypothèse nous a permis d'évaluer la densité de dislocations introduite par allongement plastique de fils d'aluminium pur à 99,997 p. 100 :

$$\rho_D = 16 \cdot 10^{10} \varepsilon \quad \varepsilon = \text{déformation.}$$

L'effet de la température sur la vitesse d'élimination des lacunes nous a donné la valeur de l'énergie de diffusion des lacunes dans l'aluminium :

$$U_{DL} = 0,58 \pm 0,05 \text{ eV.}$$

Le mécanisme de l'élimination des lacunes n'est pas sensiblement modifié lorsque la concentration en impuretés varie de 10 à 200 p. p. m. ; dans ces limites, la présence des impuretés augmenterait plutôt la densité de dislocations d'un facteur 2.

Nous avons, d'autre part, étudié sur des fils recuits et refroidis lentement l'augmentation de résistivité électrique que donne un allongement plastique à la température ordinaire. Cet excès de résistivité provient des lacunes et des dislocations introduites par écrouissage. Nous avons pu séparer l'influence de ces deux catégories d'imperfections sur la résistivité électrique.

Pour un aluminium pur à 99,997 p. 100 les lacunes ont une contribution :

$$\Delta\rho(\mu\Omega \text{ cm}) = 4 \cdot 10^{-3} \varepsilon$$

et les dislocations :

$$\Delta\rho(\mu\Omega \text{ cm}) = 3,7 \cdot 10^{-8} \varepsilon.$$

Ce dernier résultat, puisque nous connaissons l'effet de la déformation sur la densité de dislocations, nous donne l'influence des dislocations sur la résistivité électrique.

$$\Delta\rho(\mu\Omega \text{ cm}) = 2,3 \cdot 10^{-14} \rho_D.$$

Pour une même déformation, la résistivité due aux dislocations est accrue par la présence d'impuretés. Ces dernières augmenteraient donc

la densité de dislocations introduites par allongement plastique. La densité de dislocations serait alors deux fois plus élevée pour un aluminium contenant 200 p. p. m. d'impuretés que pour un aluminium de zone fondue (10 p. p. m.).

Après une trempe rapide à l'eau, l'effet de réversibilité ne s'élimine que partiellement à la température ordinaire. La réversibilité résistante est trop importante pour pouvoir être interprétée par des déformations de tremp. Les lamelles disparaissent alors en petites cavités le long des dislocations. Les cavités, si leur dimension est faible, présentent une réversibilité qui est importante et leur présence peut expliquer que la densité de dislocations à l'état d'équilibre de monocristaux soit six ou sept fois plus élevée après une trempe à l'eau qu'après un refroidissement lent. L'absence des lamelles après une trempe à l'air se ferait alors par diffusion des dislocations.

BIBLIOGRAPHIE

1. R. BULLARD. — *Phys. Rev.*, 1947, 71, 100. *Can. Jour. Phys.*, 1948, 26, 134.
2. R. BULLARD et J. L. MATHIAS. — *Can. Jour. Phys.*, 1948, 26, 242.
3. Ph. BLAIZY. — *Inst. Ind. Froide. Congrès de Louvain*, 1956, annexe 2, 59.
4. J. BLANZARD et P. LACOMME. — *Journ. Inst. Metals*, 1947, 74, 1198.
5. A. BLANZARD. — *Thèse Paris (Laboratoire de Vitry)*, 1952, n° 385.
6. T. H. BLENBY, E. E. COLEMAN et J. K. BEAMAN. — *Bristol Conference on defects in crystalline solids*. London. Physical Society.
7. F. J. BRANNEN et S. PASKOV. — *Phil. Mag.*, 1956, 1, 812.
8. F. J. BRANNEN et S. PASKOV. — *Phil. Mag.*, 1956, 2, 75.
9. T. E. BROWN et E. K. HEN. — *Symposium on vacancies and other point defects in metals and alloys*. Inst. of Metals, 1958. *Monograph and Report Series*, n° 23, 41.
10. M. CANON. — *Thèse (Laboratoire de Vitry)*. Publ. Scient. et Techn., Ministère de l'Air, 1957, n° 328.
11. M. CANON. — *Inst. Ind. Froide. Congrès de Louvain*, 1956, annexe 2, 59.
12. G. CHATELAIN. — *Inst. Ind. Froide. Congrès de Louvain*, 1956, annexe 2, 59.
13. A. H. CORREIA. — *Symposium on vacancies and other point defects in metals and alloys*. Inst. of Metals, 1958. *Monograph and Report Series*, n° 23, 1.
14. A. H. CORREIA. — *Dislocations and plastic flow in crystals*. Oxford, 1958, 14.
15. J. E. COLLINGS et R. A. HARRIS. — *Phil. Mag.*, 1956, 1, 62.
16. J. E. COLLINGS et R. A. HARRIS. — *Phil. Mag.*, 1956, 2, 1.
17. C. CRUICKSHANK. — *Métallurgie et Corrosion*, 1950, 75, 203.

- (18) D. L. DEXTER. — *Phys. Rev.*, 1956, **103**, 107.
- (19) M. J. DRUYVESTEIN et J. A. MANINTVELD. — *Nature*, 1951, **168**, 868.
- (20) J. D. ESHELBY. — *Proc. Roy. Soc.*, 1957, **241**, 376.
- (21) J. FRIEDEL. — *Les Dislocations*. Gauthiers-Villars, Paris, 1956.
- (22) F. G. FUMI. — *Phil. Mag.*, 1955, **46**, 1007.
- (23) S. HARPER. — *Phys. Rev.*, 1951, **83**, 709.
- (24) H. B. HUTTINGTON. — *Phys. Rev.*, 1953, **91**, 1092.
- (25) H. B. HUTTINGTON et F. SEITZ. — *Phys. Rev.*, 1942, **61**, 315 et 325.
- (26) J. W. KAUFFMAN et J. S. KOEHLER. — *Phys. Rev.*, 1952 [2], **88**, 149.
- (27) J. W. KAUFFMAN et J. S. KOEHLER. — *Phys. Rev.*, 1955, **97**, 555.
- (28) A. D. LE CLAIRE. — *Acta Met.*, 1953, **1**, 438.
- (29) C. H. LI, J. WASHBURN et E. R. PARKER. — *Trans. A. I. M. E.*, 1953, **197**, 1223.
- (30) D. K. C. MACDONALD et K. MENDELSON. — *Proc. Roy. Soc.*, 1950, **202 A**, 103.
- (31) R. MADDIN et A. H. COTTRELL. — *Phil. Mag.*, 1955, **46**, 735.
- (32) J. A. MANINTVELD. — *Nature*, 1952, **169**, 623.
- (33) A. MERLINI et A. GUINIER. — *Acta Met.*, 1957, **5**, 406 et 1958, **6**, 19.
- (34) J. MOLENAAR et W. M. AARTS. — *Nature*, 1950, **166**, 690.
- (35) F. MONTARIOL. — *Inst. Int. Froid. Congrès de Louvain*, 1956, annexe 2, 63.
- (36) F. MONTARIOL, R. REICH, Ph. ALBERT et G. CHAUDRON. — *Comptes Rendus*, 1954, **238**, 815.
- (37) G. PANSERI, F. GATTO et T. FEDERIGHI. — *Acta Met.*, 1957, **5**, 50.
- (38) R. H. PRY et R. W. HENNING. — *Acta Met.*, 1954, **2**, 318.
- (39) A. SEEGER et H. STEHLE. — *Zeit. Phys.*, 1956, **102**, 542.
- (40) F. SEITZ. — *Imperfections in nearly perfect crystals*. Wiley, N. Y., 1952, 71.
- (41) F. SEITZ. — *Théorie moderne des solides*. Masson, Paris, 1949, 599.
- (42) O. D. SHERBY, R. L. ORR et J. E. DORN. — *Journ. of Metals*, 1954, **6**, 71.
- (43) J. TAKAMURA. — *Metal. Phys.*, 1956, **2**, 112.
- (44) C. S. TAYLOR, L. A. WILLEY, D. W. SMITH et J. D. EDWARDS. — *The properties of High Purity Aluminium. Metal and Alloys*, 1938, **9**, 189.
- (45) M. WINTENBERGER. — *Comptes Rendus*, 1956, **242**, 128.
- (46) M. WINTENBERGER. — *Inst. Int. Froid. Congrès de Louvain*, 1956, annexe 2, 71.
- (47) M. WINTENBERGER. — *Comptes Rendus*, 1957, **244**, 2716.
- (48) M. WINTENBERGER. — *Comptes Rendus*, 1957, **244**, 2800.
- (49) M. WINTENBERGER. — *Rev. Métal. Franç.*, 1957, **12**, 942.
- (50) M. WINTENBERGER. — *Symposium on Vacancies and other point defects in metals and alloys. Inst. of Metals, 1958, Monograph and Report Series, n° 23. Discussion de l'article de A. H. COTTRELL*, 201.
- (51) C. ZENER. — *Imperfections in really perfect crystals*. Wiley, N. Y., 1952, 289.

DEUXIÈME THÈSE

PROPOSITIONS DONNÉES PAR LA FACULTÉ

Effets de contraste
des images de microscopie électronique
données par des films métalliques.

VU ET APPROUVÉ :

Paris, le 16 juin 1958.

Le Doyen de la Faculté des Sciences,

J. PÉRÈS.

VU ET PERMIS D'IMPRIMER :

Le Recteur de l'Académie de Paris,

JEAN SARRAILH.

